# AUFLÖSUNGSBEGRENZENDE FAKTOREN IN EINEM RASTER-TRANSMISSIONS-ELEKTRONENMIKROSKOP

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Naturwissenschaften

der Fakultät für Physik
der Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen

vorgelegt von
**Bernd Bauer**
aus München

1980

# AUFLÖSUNGSBEGRENZENDE FAKTOREN IN EINEM RASTER-TRANSMISSIONS-ELEKTRONENMIKROSKOP

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Naturwissenschaften

der Fakultät für Physik
der Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen

vorgelegt von
**Bernd Bauer**
aus München

1980

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Tag der mündlichen Prüfung: 8.Feb.198o

Dekan: Prof.Dr. W. Prandl

Erster Berichterstatter: Prof.Dr. R. Speidel
Zweiter Berichterstatter: Prof.Dr. G. Möllenstedt

INHALTSVERZEICHNIS Seite


1. Einleitung 1

2. Voruntersuchungen an einem STEM mit thermischer Kathode 4
2.1 Herabsetzung der Kontaminationsrate 5
2.1.1 Entstehung der Kontamination 6
2.1.2 Nachlieferung kontaminationsfähigen Materials 8
2.1.3 Versuchsanordnung 10
2.1.4 Bestimmung der Kontaminationsrate 12
2.1.5 Anwendungsbeispiele 16
2.2 Auswahl der Registrierelemente 18

3. Aufbau eines STEM mit Feldemissionskathode 19
3.1 Aufbau des Feldemissionstrahlerzeugers 21
3.1.1 Der Feldemissionsstrahlkopf 21
3.1.2 Das Vakuumsystem 23
3.1.3 Die Stromversorgungen 23
3.1.4 Darstellung des Emissionsmusters im Triodenbetrieb 24
3.2 Aufbau der Mikroskopsäule 26
3.2.1 Justier- und Registrierelemente für die Feldemissionsquelle 26
3.2.2 Elektronenoptische Daten der Kondensorobjektiv-Einfeldlinse 27
3.2.3 Das Detektorsystem 27
3.3 Mechanischer Aufbau des STEM 28

4. Untersuchungen an einem STEM mit Feldemissionskathode 30
4.1 Unterdrückung der inelastisch gestreuten Elektronen durch die Detektorgeometrie 30

Seite


4.1.1 Verwendete Streuwinkelberechnungen 30
4.1.2 Zusammenhang zwischen Streuwinkel und Detektorapertur 32
4.1.3 Theoretische und gemessene Streuwinkelverteilung 33
4.1.4 Anpassung der Detektorgeometrie 36
4.1.5 Abbildung von Quecksilberatomen auf einer Kohlefolie 38
4.2 Vergleich von remoldeten und sauerstoffprozessierten Feldemissionsspitzen 40
4.2.1 Der Remoldingprozeß 40
4.2.2 Der Oxigenprozeß 41
4.2.3 Energieverbreiterung und Auflösungsvermögen 42
4.2.4 Ergebnisse der Auflösungstests 45
a) für die remoldete Kathode
b) für die sauerstoffprozessierte Kathode
4.3 Einige Anwendungsbeispiele 49

5. Weitere Untersuchungsmöglichkeiten 52

6. Zusammenfassung 54

7. Literatur 58

## 1. EINLEITUNG

Die hochauflösende Rastermikroskopie ist seit der Einführung eines Rastertransmissions-Elektronenmikroskopes[+)] mit Feldemissionskathode durch Crewe et al. [1,2,3] ein vielseitiges Forschungsgebiet geworden. Der hohe Achsenrichtungsstrahlwert der Feldemissionskathode ermöglicht die Erzeugung sehr feiner Elektronensonden für die Abbildung von Hochauflösungsobjekten. Auf der Basis des Reziprozitätsprinzipes nach Cowley [4] ergeben sich einige wesentliche Vorteile des STEM gegenüber dem konventionellen Transmissions-Elektronenmikroskop[++)]. Da die Elektronen nach Verlassen des Objektes keine abbildenden elektronenmikroskopischen Bauelemente mehr benötigen, führen Energieverluste in dicken Objekten nicht zu der chromatischen Auflösungsverschlechterung wie beim TEM. Allerdings bleiben auflösungsmindernde Faktoren wie Mehrfachstreuung und Nichtlokalisierbarkeit inelastisch gestreuter Elektronen im Objekt selbst erhalten. Durch den Einsatz unterschiedlicher Detektoren, vor allem energiedispersiver Detektoren, können mannigfaltige Kontrastarten durch elektronische Signalverarbeitung gebildet werden. Besonders im Dunkelfeldbetrieb ist das STEM dem TEM durch die wesentlich größere verfügbare Registrierapertur überlegen.

Trotz der Fülle von Untersuchungen auf diesem Gebiet schienen uns doch einige Zusammenhänge zu wenig oder ungeklärt. Zur quantitativen Klärung solcher und entstehender Fragen wurde am Institut ein STEM mit Feldemissionskathode unter dem Aspekt möglichst vielseitiger Eingriffsmöglichkeiten gebaut.

+) in dieser Arbeit mit STEM bezeichnet (Scanning Transmission Electron Microscope)

++) hier mit TEM abgekürzt

Voruntersuchungen bezüglich der Auflösungsverschlechterung durch Kontamination und deren Reduzierung konnten an einem früher gebauten STEM mit geheizter Spitzenkathode gemacht werden. Grundlage dafür bildeten Untersuchungen zur Kontaminationsentstehung an einem elektronenoptischen Mikroschreiber nach Speidel [5]. Als Ergebnis konnte gezeigt werden, daß selbst bei der Vakuumerzeugung mit Öldiffusionspumpen die Kontamination nicht mehr als Auflösungsbegrenzung auftritt.

Bei der Abbildung von einzelnen Schwermetallatomen auf dünnen Trägerfolien spielt neben den Bildfehleranteilen in der Elektronensonde auch die Verarbeitung des Streukontrastes nach dem Objekt eine wichtige Rolle. Für die Bildregistrierung bilden nach Isaacson et al. [17] die im Objekt inelastisch gestreuten Elektronen einen auflösungsverschlechternden Anteil. Durch die unterschiedliche Lage der wahrscheinlichsten Streuwinkel von elastisch und inelastisch gestreuten Elektronen kann bei Kenntnis der Streuwinkelverteilungen beider Kanäle eine optimale Detektorgeometrie ermittelt werden. Mit dieser Optimierung konnten wir die Quecksilberatome eines von Formanek et al. [19] synthetisierten Triacetoxy-Mercuryaurine-Moleküles mit definierten Abständen von etwa 8 Å im Dunkelfeld abbilden. Unter Hinzunahme von inelastisch gestreuten Elektronen, z.B. in der Hellfeldabbildung, können diese Abstände nicht mehr abgebildet werden.

Ein weiteres Augenmerk galt den Eigenschaften des Feldemissionsstrahlerzeugers bezüglich der hochauflösenden Abbildung. Der große Vorteil gegenüber thermischen Kathoden wird neben dem hohen Richtstrahlwert in der schmalen Energieverteilung von Feldemissionskathoden gesehen. Jedoch konnte Kurz [13] zeigen, daß die theoretische Halbwertsbreite von 0.24 eV nur bei sehr kleinen Emissionsströmen erreicht wird. Bei hohen

Strömen, wie sie zum Beispiel bei sauerstoffprozessierten Kathoden nötig sind, erreicht man bereits die Halbwertsbreiten von thermischen Kathoden. Bei 50 keV Elektronen ergab sich bei unseren Messungen dadurch eine chromatische Sondenverbreiterung auf fast den doppelten Durchmesser. Die Auflösung des Gerätes reduzierte sich von 5 Å auf 9 Å.

## 2. VORUNTERSUCHUNGEN AN EINEM STEM MIT THERMISCHER KATHODE

An einem am Institut gebauten STEM mit thermischer Kathode wurden zunächst der Einfluß der Kontamination auf dem Objekt und die Eigenschaften verschiedener Detektorarten untersucht. Abb. 1 zeigt die Außenansicht des Gerätes und gibt über die wichtigsten elektronenoptischen Elemente Aufschluß.

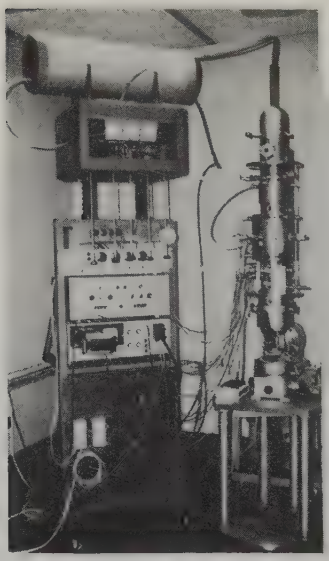


Abb. 1: Außenansicht des vorläufigen STEM mit der Versorgungs- und Registrierelektronik

Bei allen Untersuchungen war die Beschleunigungsspannung 50 kV. Die von der geheizten Spitzenkathode ausgehende 10 µm-Quelle wurde mittels der Verkleinerungslinse

mit einer Brennweite von 2.4 mm und der Kondensor-objektiv-Einfeldlinse mit einer Brennweite von 2.8 mm auf einen Sondendurchmesser von etwa 2 nm verkleinert. Der bei einer Apertur $\alpha_2 = 10^{-2}$ rad maximal verfügbare Sondenstrom $I_2 = 10^{-12}$ A wurde aus dem Richtstrahlwert für thermische Kathoden $\beta$ nach folgender Beziehung berechnet:

$$(1) \qquad I_2 = \beta \frac{\pi^2}{4} \left(d_2^2 - \frac{1}{4} C_S^2 \alpha_2^6\right) \alpha_2^2$$

mit $\beta = 5 \cdot 10^5$ A/cm$^2$ sr
$d_2$ = Sondendurchmesser
$C_S$ = Öffnungsfehlerkoeffizient

In der Detektorkammer konnte das Bildsignal wahlweise mit einem Oberflächensperrschicht-Detektor, einem diffundierten Halbleiterdetektor oder einer Scintillator-Lichtleiter-Photomultiplier-Kombination erzeugt werden. Leuchtschirm und Plattenkamera wurden nur zur Eichung der Streuwinkel in Abschnitt 4.1.2 verwendet.

Zur Vakuumerzeugung diente eine Öldiffusionspumpe mit mechanischer Vorpumpe.

## 2.1 Herabsetzung der Kontaminationsrate

Bei den ersten Auflösungstests an diesem Gerät machte sich die Kontamination als besonders störender Faktor bemerkbar. Da dieser Effekt auch bei anderen Rastergeräten als auflösungsbegrenzender Einfluß auftritt, wurde hier deren Entstehung genauer untersucht und eine Methode zur drastischen Reduzierung entwickelt. Damit konnten wir mindestens fünf Aufnahmen der gleichen Objektstelle bei 500 000-facher elektronenoptischer Vergrößerung ohne Auflösungsverluste machen. Eine spezielle Präparation des Objektes vor dem Einschleusen war nicht nötig.

### 2.1.1 Entstehung der Kontamination

Kontamination entsteht durch die Wechselwirkung von Elektronen mit auf der bestrahlten Oberfläche adsorbierten Restgasmolekeln und ist sowohl bei großflächiger Bestrahlung im Elektronenmikroskop als auch bei feinen Sonden im Elektronen-Rastermikroskop als auflösungsverschlechternder Faktor zu beobachten.

In Abb. 2 ist ein Testobjekt mit aufgedampften Goldinseln gezeigt, dessen Innenfeld bei einer Kantenlänge von 200 nm 1 min. lang abgerastert wurde. Die entstehende Verbreiterung der Goldinseln ist deutlich als Auflösungsverschlechterung zu sehen. Der untere Teil des Bildes veranschaulicht nochmals diesen Vorgang.

Die im Elektronenstrahl-Mikroschreiber erzeugten Kontaminationstürmchen auf einer dünnen Kohlefolie wurden schräg mit AuPd bedampft. Das linke Bild zeigt eine Aufnahme der Türmchen im TEM. Die gleiche Objektstelle wurde im SEM betrachtet und ist im mittleren Bild dargestellt. Die Türmchen werden bei der Betrachtung im SEM durch Kontamination verbreitert. Um ein Maß für diese Verbreiterung zu erhalten, wurde das Präparat senkrecht zur ersten Bedampfungsrichtung nochmals bedampft und die abgerasterte Fläche im rechten Bild durch eine TEM-Aufnahme dargestellt. Durch die Abbildung im SEM wurden die Türmchen etwa um das 2,5fache verbreitert.

Die kontaminationsfähigen Moleküle stammen im wesentlichen aus Pumpenölen und Vitondichtungen sowie aus dem Objekt selbst. Auf eine Reduzierung des Anteils aus den Pumpenölen wird wegen des zu erwartenden geringen Faktors der Kontaminationsverringerung zwischen 3 und 5 und des hohen Aufwandes verzichtet [6], ebenso auf Verwendung von UHV im Objektraum, da hier der Dampfdruck von biologischen Objekten bereits in die Größenordnung des umgebenden Druckes kommt.

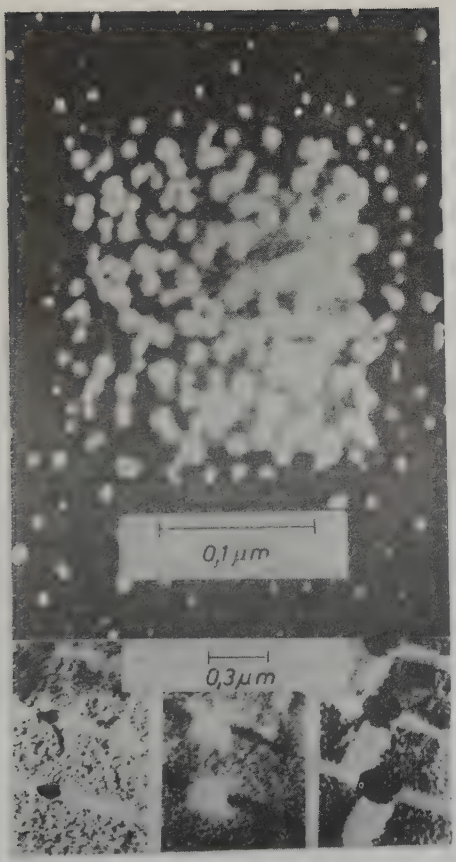


Abb. 2: Auflösungsverschlechterung durch Kontamination im STEM

Die permanente Nachlieferung aus den Vitondichtungen der Objektumgebung wurde jedoch durch den Austausch mit AgIn-Dichtungen völlig unterbunden.

### 2.1.2 Nachlieferung des kontaminationsfähigen Materials

Um Klarheit über die Mechanismen der Nachlieferung kontaminationsfähigen Materials auf dem Objekt zu bekommen, sind zunächst experimentelle Untersuchungen im Mikroschreiber mit Sondendurchmessern unter 1 µm gemacht worden. Ausgehend von der Überlegung, daß nur auf der Target-Oberfläche adsorbierte Moleküle kontaminieren, folgt die Existenz einer Belegungssenke an der bestrahlten Fläche, da hier adsorbierte Restgasmoleküle aufgrund der Polymerisation aus der homogenen Belegungsdichte ausfallen. Die Nachlieferung in dieser Senke geschieht nun bei großflächiger Bestrahlung (etwa über 10 µm) im wesentlichen durch das angrenzende Volumen, während bei Sondendurchmessern unter 1 µm der Volumenanteil verschwindet und die Nachlieferung nur noch durch Nachdiffusion aus den angrenzenden Objektflächen erfolgt [7]. Für Sondendurchmesser < 100 nm konnten von K.H. Müller [8] Wachstumsgeschwindigkeiten der Kontaminationsschicht von 100 nm/sec experimentell bestimmt werden.

Die Abb. 3 zeigt nun die Möglichkeit, diese Nachlieferung aus der Oberfläche abzublocken. Dazu wird die C-Folie mit der Stromdichteverteilung einer Kaustik bestrahlt. Der äußere hier dunkel erscheinende Hof wird durch die achsenfernen Elektronenstrahlen der magnetischen Linse gebildet. Der innere helle Bereich wird von dem achsennahen Elektronenstrahlbündel und den achsenfernen Elektronenstrahlen, die gerade in diese Ebene

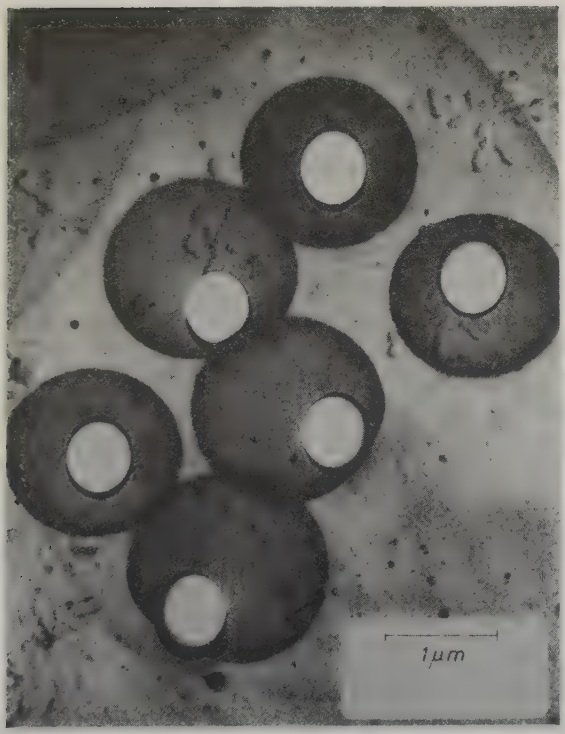


Abb. 3: Nachlieferung des kontaminationsfähigen Materials bei kleinen Sondendurchmessern

fokussiert werden, gebildet. Dieser Bereich wird daher mit höherer Stromdichte bestrahlt. Zwischen diesen beiden Bereichen liegt ein Ring sehr hoher

Elektronendichte, die eigentliche Kaustik. Trotz der höheren Stromdichte im inneren Bereich mit ca. 0,5 µm Durchmesser findet hier keine Kontamination mehr statt. Es tritt sogar, vermutlich durch Nachdiffusion der leichteren $O_2$-Moleküle, ein leichter Abbau auf. Durch die Dezentrierung der beiden Felder wird gezeigt, daß an den Stellen mit fehlender oder geringer Blockierungsstrecke sich ein starker Kontaminationswall am Rand des helleren Bereiches ausbildet.

Für die Kontaminationsverringerung im Rastermikroskop kann die Vermeidung von Nachlieferung aus der Fläche nach einem Vorschlag von R. Buhl [9] durch Ionenbombardement des Objektraumes verwirklicht werden, so daß kontaminationsfähiges Material nicht mehr am Diffusionsprozeß teilnehmen kann. Die dadurch entstehende großflächige Kontaminationsschicht muß jedoch durch vorheriges Spülen mit einem hochreinen, wasserfreien Gas möglichst gering gehalten werden; neue Nachlieferungsquellen in der Objektumgebung, das sind vor allem Dichtungen von Objekt-und Blendenverschiebungen, müssen vermieden werden. Damit erreicht man, daß aus dem Objekt austretende Moleküle vom Objekt wegdiffundieren.

### 2.1.3 Versuchsanordnung

Die Abb. 4 zeigt Prinzip und schematische Anordnung der Glimmvorrichtung im Objektraum der Kondensor-Objektiv-Einfeldlinse. Durch ein Dosierventil können verschiedene Gase in den Objektraum eingelassen werden. Sämtliche Bauteile im Objektraum sind auf Erdpotential, so daß die Glimmentladung zwischen der positiv geladenen Glimmelektrode und der Objektraumoberfläche brennt. Der Glimmprozeß dauert 10 Minuten bei einem Druck von $10^{-1}$pa und dem Strom von 1 mA. Die Entladung kann

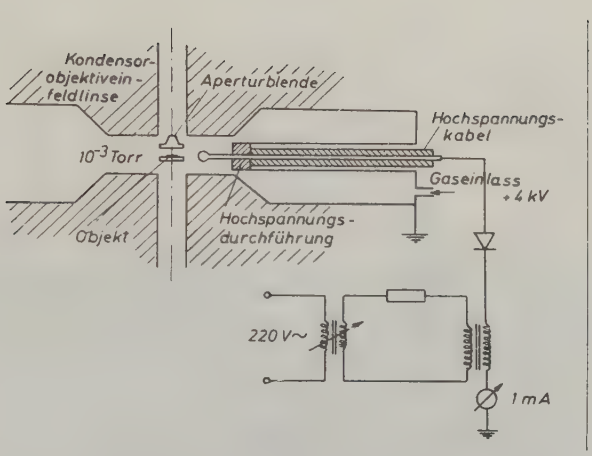


Abb. 4: Anordnung zur Kontaminationsverringerung

über einen Spiegel durch ein Fenster beobachtet werden.

Ein Querschnitt der verwendeten Kondensor-Objektiv-Einfeldlinse [10,11] mit Glimmvorrichtung und Ag-In-abgedichteter Objektverschiebung ist in Abb. 5 dargestellt. Dosierventil und Spiegel sind nicht sichtbar. Erregerspule (1), Polschuhe (2), Ablenkelemente (3) und Stigmator (4) liegen außerhalb des Vakuums. Nur Objektverschiebung (5), Blendenverschiebung (nicht sichtbar) und Glimmelektrode (6) sind auf der Vakuumseite. Diese wird durch die beiden nichtmagnetischen Polschuhdosen (7) und die beiden Röhrchen (8) begrenzt. Die Vakuumabdichtung der Verschiebungen bildet die Ag-In-Dichtung (9) und der Federbalg (10).

Durch den geringen Abstand zwischen Objekthalterung und Aperturblendenhalterung ist die Glimmentladung direkt über dem Objekt behindert, so daß empfindliche Objekte durch direkten Ionenbeschuß nicht zerstört

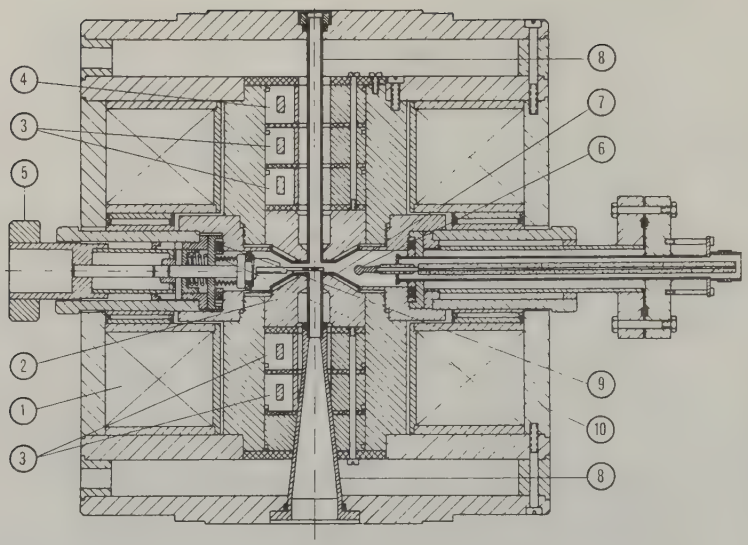


Abb. 5: Kondensor-Objektiv-Einfeldlinse des STEM

werden können. Die Herabsetzung der Kontaminationsrate geschieht durch Abwandern kontaminationsfähiger Moleküle aus dem Objektbereich in die künstlich erzeugte Senke im beglimmten Objektraum.

2.1.4 Bestimmung der Kontaminationsrate im STEM

Um bei den Kontaminationsmessungen möglichst realistische Verhältnisse für den Betrieb im STEM zu erhalten, wurden Rasterfelder von 270 nm Kantenlänge bei verschiedenen Bestrahlungszeiten mit AuPd schräg bedampft und aus Schattenlänge und Aufdampfwinkel die Höhe der Kontaminationsschicht ermittelt. Der Sondenstrom aus einer thermischen Spitzenkathode war bei allen Messungen auf $10^{-12}$ A bei 50 kV Beschleunigungsspannung eingestellt. Der Sondendurchmesser lag zwischen 2 und 3 nm. Dies entspricht den Verhältnissen im STEM, die wir bei Hochauflösung unter Verwendung einer thermischen Spitzenkathode einstellen.

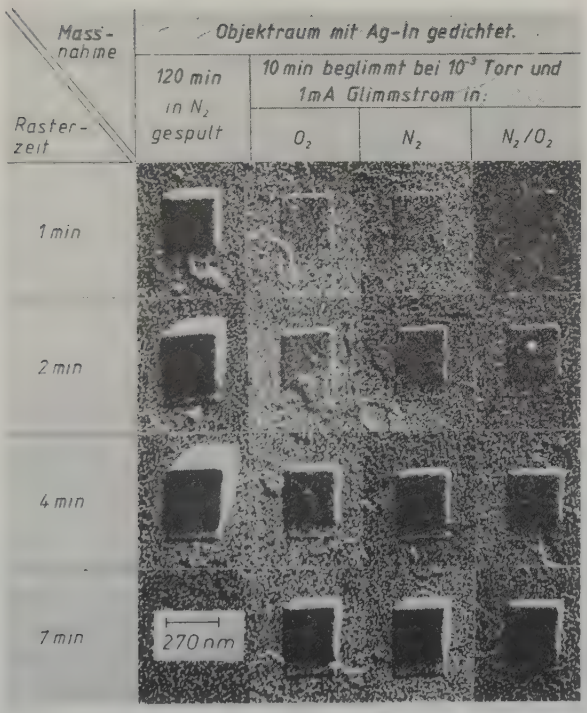


Abb. 6: Kontaminationsverringerung durch Glimmprozesse in $N_2$- bzw. $O_2$-Atmosphäre

In Abb. 6 sind einige Rasterfelder aus unseren Meßreihen abgebildet. Die erste Spalte zeigt sehr anschaulich, daß trotz langer $N_2$-Spülung die Höhe der Kontaminationsfelder mit der Zeit annähernd linear zunimmt. Die drei folgenden Spalten geben die Kontaminationsraten nach 10-minütigen Glimmprozessen mit verschiedenen Ionen wieder; die Polarität ist überall positiv gewählt.

Zwischen $O_2$- und $N_2$-Beglimmen ist kein Unterschied feststellbar, jedoch ist der verringernde Effekt bei einem unmittelbar auf $N_2$-folgenden $O_2$-Bombardement deutlich zu sehen.

In Abb. 7 sind nun die Meßreihen in einem Diagramm dargestellt. Bei den drei gestrichelten Kurven war der Objektraum in der Magnetlinse noch mit Vitondichtungen abgedichtet. Man sieht, daß durch Ausheizen und Kühlen im Objektraum kein besonders effektiver Einfluß auf die Kontaminationsrate bei einem Vakuum von $10^{-3}$ pa erzielt werden kann. Das Ausheizen von Objektkammer und Objekt auf 200°C über 1 Stunde 10 Min. bringt eine Verbesserung der Kontaminationsrate, bezogen auf Standard um den Faktor 0,8. Wiederholt man denselben Prozeß und kühlt den Objektraum und Objektkammer auf - 50°C, so erhält man sogar nur eine Verbesserung um den Faktor 0,87.

Das Austauschen der Vitondichtungen in der Magnetlinse gegen Ag-In-Dichtungen bringt bereits eine Verringerung der Wachstumsrate auf 1/3. Dies ist die mit Standard bezeichnete ausgezogene Kurve. Die besten Ergebnisse haben wir bisher erreicht nach 2 Stunden $N_2$-Spülung, anschließend Beglimmen von 10 Min. bei 1 mA Glimmstrom in $10^{-1}$ pa $N_2$-Atmosphäre und unmittelbar daran anschließend bei denselben Werten Beglimmen in $O_2$-Atmosphäre. Bezogen auf die Verhältnisse

Standard mit Vitondichtungen bringt dieser Prozeß eine Verbesserung der Kontaminationsrate auf 1/30.

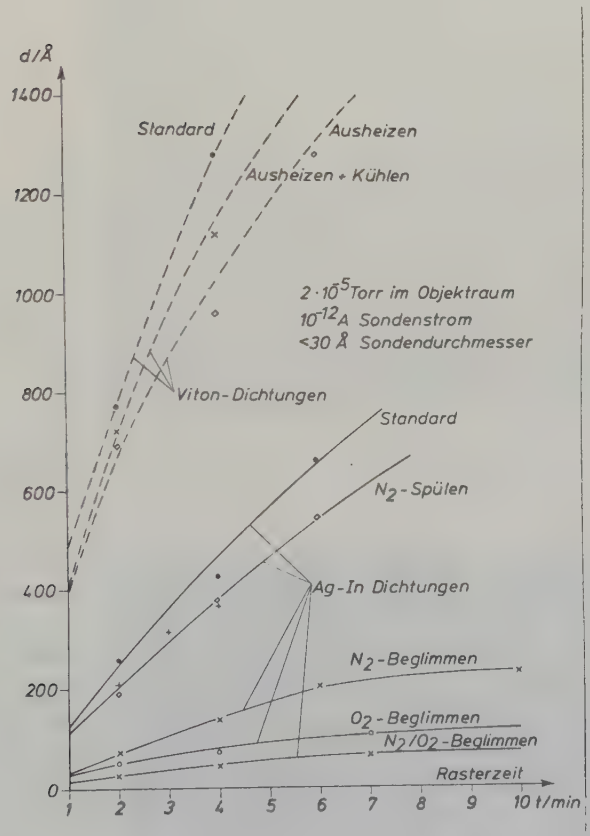


Abb. 7: Dickenwachstum eines Rasterfeldes von 270 nm Kantenlänge

2.1.5 Anwendungsbeispiele

Die kontaminationshemmende Wirkung der hier besprochenen Methode wird in Abb. 8 demonstriert. Abb. 8a zeigt AuPd-Partikel auf einer etwa 300 Å dicken C-Folie in unserem STEM im Hellfeld abgebildet. Die Auflösungsgrenze des STEM mit thermischer Spitzenkathode konnte anhand dieser Aufnahmen zu 20 Å Punktauflösung bestimmt werden. Nach der Aufnahme 8a wurde die Objektstelle 5 Minuten lang abgerastert und anschließend die Aufnahme 8b aufgenommen. Die Abb. 8b zeigt keine Auflösungsverschlechterung gegenüber dem ersten Auflösungstest. Bei genauerer Betrachtung der beiden Bilder erkennt man, daß entsprechende Punkte in den beiden Aufnahmen oftmals in der Intensität verschieden sind. Dies ist offenbar auf eine Umkristallisation oder Umorientierung der AuPd-Kriställchen während der 5minütigen Bestrahlung zurückzuführen.

Um die Unschädlichkeit des Glimmprozesses für empfindliche biologische Objekte zu zeigen, sind in Abb.9 Oxysomen aus Mitochondrien eines primären Spermatozytenkerns von Drosophila hydei mit folgender Präparation aufgenommen: Spreitung auf aqua dest. und negativ Kontrastierung mit einer 2%igen wäßrigen Phosphorwolframsäurelösung mit pH 7,2. Da die nicht durch Fixierung denaturierten Proteine besonders empfindliche biologische Objekte darstellen, wurden an einem solchen Objekt mehrere Glimmprozesse im STEM durchgeführt und anschließend die abgebildete Aufnahme gemacht. Die unzerstörten Granula sind gut erkennbar und zeigen die optimale Strukturerhaltung bei kontaminationsverringerndem Beglimmen.

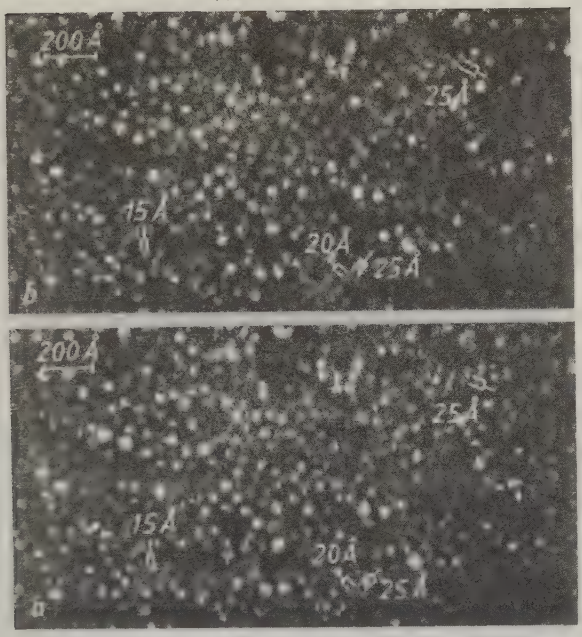


Abb. 8: Erhaltung der Auflösungseigenschaften nach fünfminütiger Bestrahlung im STEM

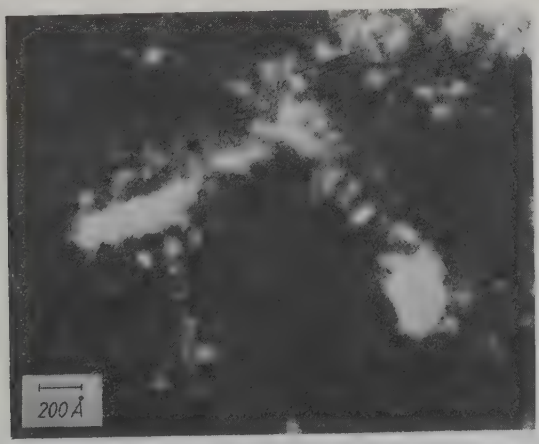


Abb. 9: Oxysomen aus Mitochondrien nach Glimmprozessen (320 000-fach)

## 2.2 Auswahl der Registrierelemente

Bei den bisher gezeigten Aufnahmen von Testobjekten geschah die Elektronenregistrierung mit einem Oberflächensperrschicht-Detektor, Modell TA-023-25-100 der Firma Ortec. Selbsthergestellte diffundierte Siliziumdetektoren wurden ebenfalls eingesetzt. Es zeigte sich jedoch bei allen Halbleiterdetektoren ein hoher Rauschanteil und ein Abfall der Verstärkung mit zunehmender Signalfrequenz. Dies bedeutet eine Auflösungsbegrenzung auf dem Bildschirm, da eng benachbarte Objektpunkte kurze Anstiegszeiten des Objektsignales zur Folge haben und diese vom Detektor nicht mehr verarbeitet werden können. Dieser Nachteil läßt sich nur begrenzt durch eine Erhöhung der Vergrößerung umgehen, da hierdurch bei gleichem Sondenstrom und gleicher Aufnahmezeit die Objektbelastung steigt und das Gesichtsfeld eingeschränkt wird. Es sollten aufzulösende Punktabstände auf dem Bildschirm in der Größenordnung der Leuchtschirmauflösung liegen.

Die letztere lag bei der verwendeten Bildeinheit mit 80 mm Bildbreite bei 100 µm. Mit 50 Hz Zeilenfrequenz sollte damit die obere Grenzfrequenz des Detektors mit der signalverarbeitenden Elektronik bei 40 kHz liegen. Untersuchungen von Kohler [12] haben gezeigt, daß Halbleiterdetektoren in diesem Frequenzbereich bei den im Dunkelfeld verfügbaren Signalströmen von $10^{-14}$ A bereits unzureichende Rausch- und Verstärkungseigenschaften haben. Für die folgenden Untersuchungen wurde deshalb eine Scintillator-Lichtleiter-Photomultiplier-Kombination verwendet, wobei ein besonders rauscharmer Photomultiplier, Modell 8850 der Firma RCA ausgewählt wurde.

## 3. AUFBAU EINES STEM MIT FELDEMISSIONSKATHODE

Wegen des auf $\beta = 5 \cdot 10^5$ A/cm$^2$ sr begrenzten mittleren Richtstrahlwertes von geheizten Wolframkathoden können nach Gleichung (1) mit $U_B = 50$ kV Sondenradien nicht wesentlich unter $r = 2$ nm erreicht werden. Feldemissionskathoden mit einem mittleren Richtstrahlwert von $\beta = 10^9$ A/cm$^2$ sr [13] lassen nach dieser Formel unter Hinzunahme der Fehlerscheibchen des Farbfehlers und Astigmatismus einen Sondenradius von $r = 0{,}5$ nm bei der gleichen Elektronenenergie $eU_B$ erwarten. Dies wird in dem in Abb. 10 schematisch dargestellten und in Abb. 11 in einer Außenansicht wiedergegebenen STEM mit Feldemissionsquelle realisiert.

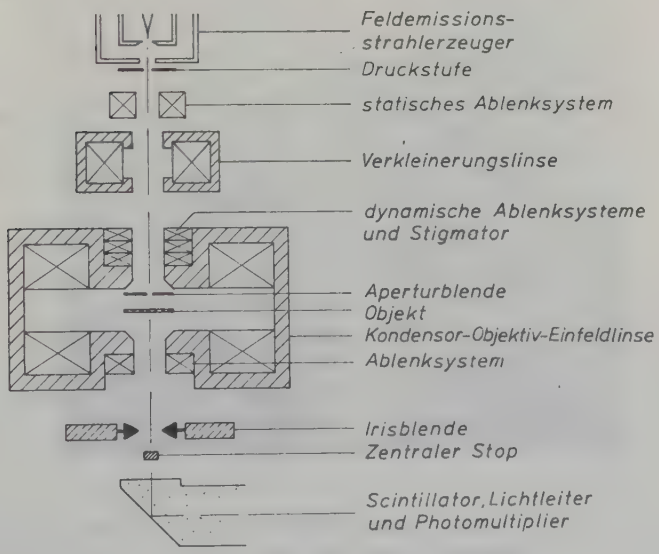


Abb. 10: Schematische Anordnung der elektronenoptischen Bauelemente des STEM mit Feldemissionsquelle

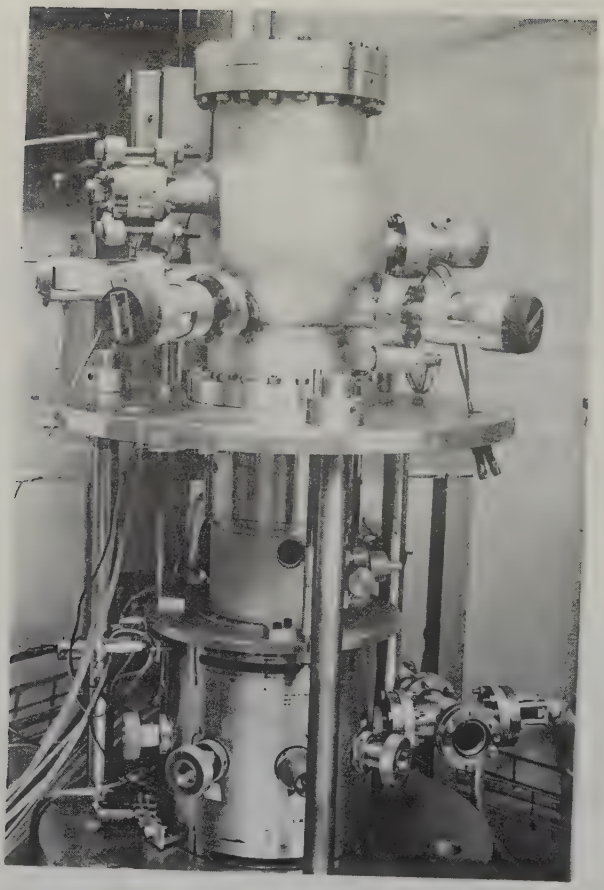

Abb. 11: Außenansicht der Mikroskopsäule mit Feldemissionsstrahlerzeuger

## 3.1 Aufbau des Feldemissionsstrahlerzeugers

Das Kernstück des Feldemissionssystems ist der Strahlkopf mit einem Triodensystem, das aus einer <100>-orientierten Wolframspitze, einer Saugelektrode und einer Beschleunigungselektrode besteht. Für die Geometrie wurde ein Vorschlag von Munro [14] realisiert. Die Kathode kann mit unterschiedlichen Prozessierungen aufbereitet werden. Auch läßt sich das Triodensystem zu einem Tetrodensystem erweitern.

Der Strahlkopf besitzt eine eigene UHV-Pumpe und ist durch eine Druckstufe vom Hochvakuum der Mikroskopsäule abgetrennt.

Die Stromzuführung geschieht über einen fünfpoligen Hochspannungsstecker, der die verschiedenen elektrischen Versorgungsgeräte mit dem Strahlerzeuger verbindet.

Da das Emissionsmuster sehr aufschlußreich bezüglich der Emissionseigenschaften des Systems ist, im allgemeinen aber nur im Diodenbetrieb auf einem Leuchtschirm abgebildet werden kann, wird in Abschnitt 3.1.4 eine Methode zur Abbildung des Emissionsmusters im Triodenbetrieb beschrieben. Damit konnte in unserem STEM auch bei unterschiedlich prozessierten Kathoden ein optimales Emissionsmuster eingestellt werden.

### 3.1.1 Der Feldemissionsstrahlkopf

In Abb. 12 ist der Strahlkopf in einer Schnittzeichnung wiedergegeben. Am Isolator (1) mit den Stromzuführungen ist die Feldemissionsspitze (2) aufgehängt, sowie die Saugelektrode (3) mit einem Einsatz aus hochreinem Titan und die Halterung für die Zwischenelektrode (4), die in den folgenden Untersuchungen

nicht eingebaut war. Da die Kathode im Betrieb nicht verschoben werden kann, muß sie vor dem Einbau unter einem Lichtmikroskop auf mindestens 50 µm genau justiert werden. Die Beschleunigungselektrode (5) liegt auf Massepotential und wird über die X-Y-Verschiebungen (6) justiert. Im Anodenbecher dient eine auswechselbare 100 µm-Blende (8) als Anodenbohrung, die zugleich als Druckstufe wirkt. Bei ausgebauter Zwischenelektrode wird der Anodenbecher durch einen Distanzzylinder auf die Höhe der Zwischenelektrode angehoben.

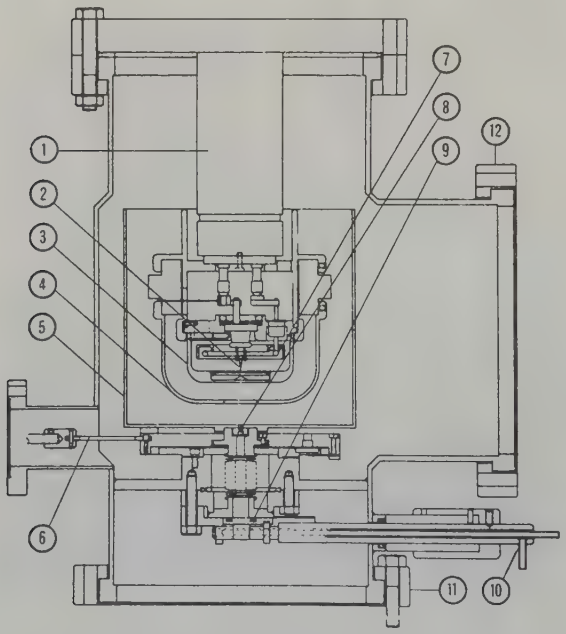


Abb. 12: Schnittzeichnung des Feldemissionsstrahlkopfes

3.1.2 Das Vakuumsystem

Das erforderliche Ultrahochvakuum von $10^{-7}$ pa erzeugt eine am Pumpstutzen (12) angeflanschte Ionenzerstäuberpumpe. Durch die becherförmige Anordnung der Elektroden wird der Saugquerschnitt für den Raum unmittelbar an der Feldemissionsspitze stark herabgesetzt. Da sich schlechtes Vakuum vor allem auf die Stabilität und Lebensdauer der Kathode ungünstig auswirkt, wurde eine Titangetterpumpe (7) direkt in den Kathodenraum eingebaut. Die Getterwirkung an den Wänden und die Regenerierung der Saugelektrodenoberfläche machten auch nach dem Belüften des Strahlkopfes einen schnelleren Einsatz möglich. Der gesamte Strahlkopf ist durch eine übergestülpte Haube ausheizbar.

Durch ein Schiebeventil kann mittels einer Vitondichtung (9) der Strahlkopf von der restlichen Mikroskopsäule völlig abgetrennt werden. Dadurch bleibt beim Fluten der Säule das Ultrahochvakuum im Strahlkopf erhalten. Beim Ausheizen schützt ein Kühlwasserkreislauf (10) die Dichtung vor zu hohen Temperaturen. Der Flansch (11) verbindet den Strahlerzeuger mit der Mikroskopsäule.

3.1.3 Die Stromversorgungen

Zur Erzeugung der Beschleunigungsspannung diente eine 50 kV Hochspannungskaskade 868 R der Firma Brandenburg. Die gemessene Kurzzeitstabilität unter Last lag bei $10^{-5}$. Für die Saugspannung sorgte ein Heinzinger Hochspannungsmodul HNCE 6000 mit nachgeschalteter Siebkette, wodurch Kurzzeitstabilitäten besser als $10^{-4}$ erreicht wurden. Für die Prozessierung einer Remoldingspitze konnte die Saugspannung umge-

polt und ein gepulster Heizstrom an die Spitze gelegt werden. Pulszahl und Pulsdauer konnten getrennt variiert werden. Zur Sauerstoffprozessierung wurde ein konstanter, zwischen 0,3 und 3,0 A regelbarer Heizstrom erzeugt. Alle hier aufgeführten Stromquellen außer der Hochspannungskaskade wurden aus Akkumulatoren betrieben und lagen auf Kaskadenpotential.

### 3.1.4 Darstellung des Emissionsmusters im Triodenbetrieb

Nach den Rechnungen von Kern [15] ist die Lage des Crossovers der Feldemissionsquelle bei gegebener Elektrodengeometrie vom Verhältnis von Beschleunigungsspannung $U_B$ zur Saugspannung $U_S$ und dem Abstand d der Spitze von der Saugelektrode abhängig. Dieser Zusammenhang konnte von Kurz [13] experimentell bestätigt werden.

Für einen Spitzenabstand von d = 2,4 mm ist in Abb. 13 die Lage des Crossovers, im folgenden als Quellenlage bzeichnet, in Abhängigkeit des Spannungsverhältnisses $U_B/U_S$ aufgetragen. Für $U_B/U_S < 27$ entsteht eine virtuelle Quelle hinter der Spitze, bei höheren Verhältnissen ergibt sich eine reelle Quelle vor der Spitze. Im Strahlerzeuger unseres STEM wurde der Abstand d so gewählt, daß bei einer Saugspannung $U_S$ = 1,1 kV und einer Beschleunigungsspannung $U_B$ = 50 kV eine reelle Quelle in der Ebene der 100 µm-Blende entsteht. Dadurch wird das Emissionsmuster in dieser Lage durch die Blende nicht beschnitten und kann auf einem nachfolgenden Leuchtschirm beobachtet werden. Diese Bedingung ist in Abb. 13 mit $Q_3$ gekennzeichnet und wird zur Kontrolle des Emissionsmusters und zur Anodenzentrierung eingestellt. Der Emissionsstrom beträgt hier 0,2 µA.

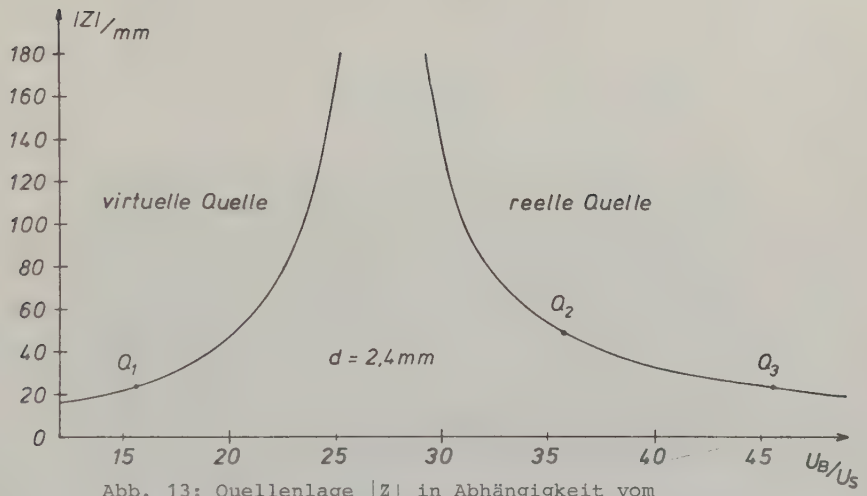


Abb. 13: Quellenlage |Z| in Abhängigkeit vom Spannungsverhältnis $U_B/U_S$ bei festem Spitzenabstand d

In Abb. 14 ist in dem Bild ganz links ein solches Emissionsmuster dargestellt. Bei Erhöhung der Saugspannung wird dieses Emissionsmuster durch die Blendenberandung beschnitten, da die Quelle vor die

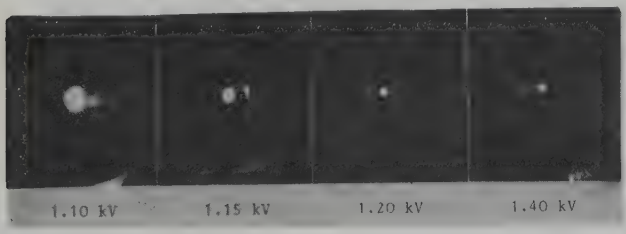


Abb. 14: Beschneidung des Emissionsmusters bei ansteigender Saugspannung

Blende wandert. Bei $U_S$ = 1,4 kV schließlich ist der Betriebszustand $Q_2$ bei einem Emissionsstrom von 1 µA erreicht, wie er bei den Untersuchungen in Kapitel 4. eingestellt wird. Der Punkt $Q_1$ gibt den Betriebszustand der in Abschnitt 4.2.2 beschriebenen sauerstoffprozessierten Feldemissionsspitze wieder.

## 3.2 Aufbau der Mikroskopsäule

Für den Aufbau der Mikroskopsäule wurde die Kondensorobjektiv-Einfeldlinse des in Kapitel 2 beschriebenen STEM verwendet. Alle anderen Bauteile sind den höheren Anforderungen für Hochauflösung entsprechend neu erstellt worden. So wurde auch die Öldiffusionspumpe wegen ihrer mechanischen Erschütterungen beim Siedeverzug des Öls durch eine Ionenzerstäuberpumpe ersetzt. Das dadurch gewonnene ölfreie Vakuum von $10^{-4}$ pa bewirkte zusätzlich eine geringere Objektraumverschmutzung beim Glimmprozeß.

### 3.2.1 Justier- und Registrierelemente für die Feldemissionsquelle

Unmittelbar an den Strahlerzeuger schließt ein magnetisches Ablenksystem zur Justierung der Quelle auf die Kondensorobjektiv-Einfeldlinse an. Nach diesem Ablenksystem befindet sich ein Bauteil, mittels dessen wahlweise ein Faradaykäfig zur Messung des Strahlstromes, ein Leuchtschirm zur Beobachtung des Emissionsmusters oder eine doppelwandige Abschirmung für den STEM-Betrieb eingefahren werden kann.

Die in Abb. 11 anschließende Vorverkleinerungslinse wurde für die folgenden Untersuchungen nicht benutzt.

### 3.2.2 Elektronenoptische Daten der Kondensor-objektiv-Einfeldlinse

Die Geometrie dieser Linse wurde bereits in 2.1.3 beschrieben, so daß an dieser Stelle nur noch auf die elektronenoptischen Daten eingegangen werden soll. Die Linse wurde bei einer Linsenstärke $\varepsilon = 28{,}6\ A/\sqrt{V}$ mit einer Brennweite von $f = 2{,}5$ mm betrieben. Je nach Quellenlage betrug die Verkleinerung zwischen 165- und 190-fach. Bei einem Spalt-Bohrungsverhältnis $S/D = 1$ und einer Bohrung $D = 8{,}5$ mm erhält man nach Liebmann [16] einen Farbfehlerkoeffizienten $C_c = 1{,}79$ mm und einen Öffnungsfehlerkoeffizienten $C_s = 1{,}36$ mm. Aus der Linsenstromänderung $\Delta I$, die die Abbildung gerade noch scharf erscheinen läßt, konnte nach der Beziehung $\Delta f_a = 2f \cdot \Delta I/I$ eine astigmatische Brennweitendifferenz $\Delta f_a = 60$ nm abgeschätzt werden. Die in Kapitel 4 bestimmte optimale Apertur von $8{,}3 \cdot 10^{-3}$ rad konnte aufgrund von Bahnberechnungen durch eine selbst hergestellte 36 µm Dünnschichtblende eingestellt werden. Die Blende lag in der vorderen Brennebene der Linie.

### 3.2.3 Das Detektorsystem

Die in Abschnitt 2.2 erwähnte Scintillator-Lichtleiter-Photomultiplier-Kombination wurde im STEM mit Feldemissionskathode zur Elektronenregistrierung verwendet. Durch eine von außen verstellbare Irisblende konnten für die in Kapitel 4 beschriebenen Messungen die Detektoraperturen variiert werden, wobei die veränderten Darstellungen der Abbildung simultan auf dem Bildschirm beobachtet werden konnten. Die minimale Öffnung betrug 0,8 mm, die maximale 17 mm. Bei Hellfeldabbildung war die Irisblende ganz zuge-

zogen, bei Dunkelfeld ganz geöffnet, während der Primärstrahl von einem zentralen Stop abgefahren wurde. Dieser sowie die Irisblende waren von außen justierbar, Scintiallator, Lichtleiter und Photomultiplier waren starr eingebaut.

### 3.3 Mechanischer Aufbau des STEM

Beim mechanischen Aufbau wurde vor allem auf geringe Eigenschwingfähigkeit, gute Zugänglichkeit der Bauteile und größtmögliche Dämpfung von Gebäudeschwingungen und Erschütterungen Wert gelegt. Die ersten beiden Bedingungen konnten durch eine kompakte Rahmenkonstruktion, bei der die gesamte Mikroskopsäule durch stabile Streben an einer großen Stahlplatte unter dem Strahlerzeuger aufgehängt ist, gut erfüllt werden. Die Dämpfung von Gebäudeschwingungen geschah durch eine dreipunktige Luftkissenaufhängung des ganzen STEM oberhalb dessen Schwerpunkt. Die pneumatischen Schwingungsdämpfer des Typs T-102 der Firma Physik Instrumente wurden mit Preßluft betrieben und einzeln durch je einen 40 l Tank gepuffert, sodaß die Resonanzfrequenz des Systems unter 1 Hz lag. So konnten im achten Stock unseres zehnstöckigen Gebäudes die Probleme mechanischer Erschütterungen bei Hochauflösung gelöst werden.

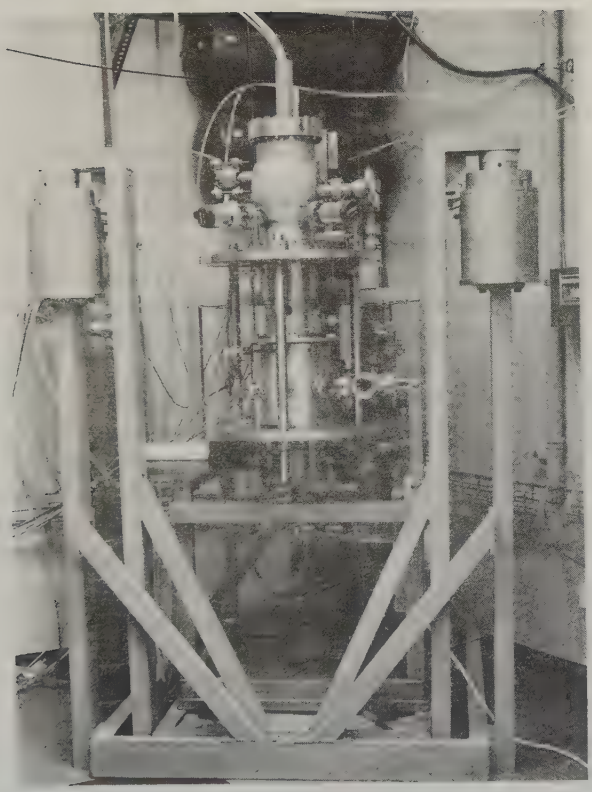

Abb. 15: Gesamtansicht des STEM mit Schwingrahmen und pneumatischen Dämpfungstöpfen

# 4. UNTERSUCHUNGEN AN EINEM STEM MIT FELDEMISSIONS-KATHODE

Bei dem beschriebenen Aufbau wurde auf möglichst vielseitige Eingriffsmöglichkeiten und Flexibilität Wert gelegt. So ist eine Vielzahl von Untersuchungen möglich, von denen in diesem Kapitel der Einfluß der inelastischen Elektronen auf die Abbildungseigenschaften und die Auswirkungen hoher Strahlströme bei Oxigenkathoden auf das Auflösungsvermögen beschrieben werden. Anregungen für weitere Anwendungsmöglichkeiten sind in Kapitel 5 aufgeführt.

## 4.1 Unterdrückung der inelastisch gestreuten Elektronen durch die Detektorgeometrie

Nach Isaacson et al. [17] bewirken die inelastisch gestreuten Elektronen wegen ihrer Nichtlokalisierbarkeit eine Kontrastverschlechterung und damit eine Auflösungsbegrenzung. Für die hochauflösende Signalverarbeitung darf daher möglichst nur der elastische Kanal verwendet werden. Für die Dunkelfeldabbildung muß eine Selektion durch eine richtig dimensionierte Detektorgeometrie erfolgen.

### 4.1.1 Verwendete Streuwinkelberechnungen

Zur Berechnung von Streueigenschaften eng zusammenliegender Einzel- oder Molekülatome auf dünnen Folien sind Ansätze mit Potentialverteilungen freier Atome weniger geeignet, da die resultierenden Potentiale sowohl zwischen den einzelnen Atomen wie zwischen Einzelatom und Trägerfolie nicht auf Null abfallen. Eine entsprechende Festkörpernäherung für mittelschnelle Elektronen von Schwertfeger [18] wird im folgenden kurz umrissen.

Das Potential $\phi(r)$ einer Schicht von Festkörperatomen wird durch eine Summe von einander nicht überlappenden kugelsymmetrischen Atompotentialen $\phi_i$ und einem konstanten Potential $\phi_o$ der Größenordnung 10 eV angenähert:

$$\phi(r) = \phi_o + \sum_i \phi_i(|r-r_i|) \ .$$

Zur Ermittlung der Atompotentiale $\phi_i(r)$ wird zunächst die Ladungsdichteverteilung $q_i(r)$ innerhalb einer Kugel mit dem Radius $r_o$ der eines freien Atoms gleichgesetzt, die der Wigner-Seitz-Zelle einbeschrieben ist. Die Ladungsdichte außerhalb von $r_o$ wird auf das Volumen zwischen der Kugel und der Berandung durch die Wigner-Seitz-Zelle gleichmäßig verteilt. Die dadurch entstehende Unstetigkeit der Ladungsdichte auf der Kugeloberfläche wird durch einen Teil $\delta$ der äußeren Ladung ausgeglichen. Schwertfeger erhält aus diesem Ansatz mit dem Abschirmradius a folgende Näherung für die Festkörperpotentiale:

$$\phi_i(r) = \begin{cases} \frac{Ze}{a}\left(\frac{e^{-r/a}}{r/a} - \frac{e^{-r_o/a}}{r_o/a}\left(1 + \frac{\delta}{2}\left(1 + \frac{r_o}{a}\right)\left(1 - \frac{r^2}{r_o^2}\right)\right)\right) \\ \qquad \text{für } r < r_o \\ 0 \text{ für } r \geq r_o \end{cases}$$

Dagegen lautet das Yukawa-Potential für freie Atome:

$$\phi_{fr}(r) = \frac{Ze}{a}\,\frac{e^{-r/a}}{r/a}$$

Die Festkörperkorrektur im Atompotential bedeutet für die elastische Streuamplitude $f_B(\theta)$ eine Schwächung in Vorwärtsrichtung gegenüber der Streuung am freien Atom; für Streuwinkel $> 3 \cdot 10^{-2}$ rad geht $f_B(\theta)$ in die der Streuung für freie Atome über.

Für die inelastische Streuung schätzte Schwertfeger den Gesamtstreuquerschnitt $\sigma_i$ am Festkörperatom etwa auf die Hälfte des Gesamtstreuquerschnitts für freie Atome ab.

Statt des differentiellen Streuquerschnitts $\frac{d\sigma}{d\Theta} = |f(\Theta)|^2$ werden die auf die elastische Streuung normierten Stromdichten

$$(2) \qquad I(\alpha) = \frac{2\pi}{\sigma_e} \int_0^{\alpha} \frac{d\sigma}{d\Theta} \sin \Theta \, d\Theta$$

für an den Elementen Kohlenstoff, Germanium und Platin elastisch und inelastisch gestreute Elektronen angegeben.

Diese Streuwinkelverteilung scheint uns eine sinnvolle Ausgangsbasis zur Einschätzung des Streuverhaltens von Schwermetallen auf dünnen Kohlefolien. Mehrfachstreuungen im Objekt werden nicht erwartet.

### 4.1.2 Zusammenhang zwischen Streuwinkel und Detektorapertur

Die Streuwinkel der aus dem Objekt austretenden Elektronen werden im Nachfeld der Kondensorobjektiv-Einfeldlinse nochmals verändert, so daß die vom Detektor verarbeiteten Winkelbereiche für jede Linsenerregung erst auf die ursprünglichen Streuwinkel zurückgerechnet werden müssen. Dazu wurden in dem STEM mit thermischer Kathode Eichmessungen an Goldkristalliten gemacht.

Eine dünne, mit etwa 5 nm Gold bedampfte Kohlefolie wurde längs einer Rasterzeile von 160 nm Kantenlänge bestrahlt. Die durch Beugung und Streuung entstandene Helligkeitsmodulation konnte auf dem Leuchtschirm am unteren Ende der Mikroskopsäule beobachtet

werden. Um ein scharfes Beugungsbild zu erhalten, war jedoch eine andere Linsenerregung nötig als zur Erzeugung einer Sonde auf dem Objekt. Es wurde daher zunächst ein scharfes Beugungsbild mit einem Linsenstrom von 680 mA gemacht, das zur Indizierung der Beugungsreflexe diente. Dann wurden nacheinander bei höheren Linsenströmen Aufnahmen gemacht, bis die "Sondenerregung" bei einem Strom von 850 mA erreicht wurde. Die punktförmigen Reflexe des scharfen Beugungsbildes waren bei der Sondenerregung zwar zu Kreisscheibchen aufgeweitet, konnten jedoch durch Vergleich mit dem indizierten Beugungsbild zugeordnet werden. Drei Reflexe, nämlich <111>, <220> und <311> wurden ausgewertet.

Da der Abstand L des Objektes vom Leuchtschirm sehr groß war gegenüber dem Abstand der bildseitigen asymptotischen Brennpunktslage vom Objekt, konnte folgende Zuordnung zwischen doppeltem Braggwinkel $\alpha_{ikl}$ und dem Achsenabstand des Reflexes auf dem Leuchtschirm $R_{ikl}$ gemacht werden:

$$\alpha_{ikl} = \kappa L/R_{ikl} \cdot$$

Es ergab sich dabei eine Winkelvergrößerung $\kappa$ von 1,69 ± 0,01 bei Sondenerregung der Linse. Somit konnten die für die weiteren Messungen nötigen Umrechnungen von Detektoraperturen auf Streuwinkel vorgenommen werden.

### 4.1.3 Theoretische und gemessene Streuwinkelverteilung

In Abb. 16 sind die nach Abschnitt 4.1.1 für Platin berechneten normierten integralen Streukurven von elastisch und inelastisch gestreuten Elektronen im Bereich zwischen $10^{-4}$ und 1 rad eingezeichnet.

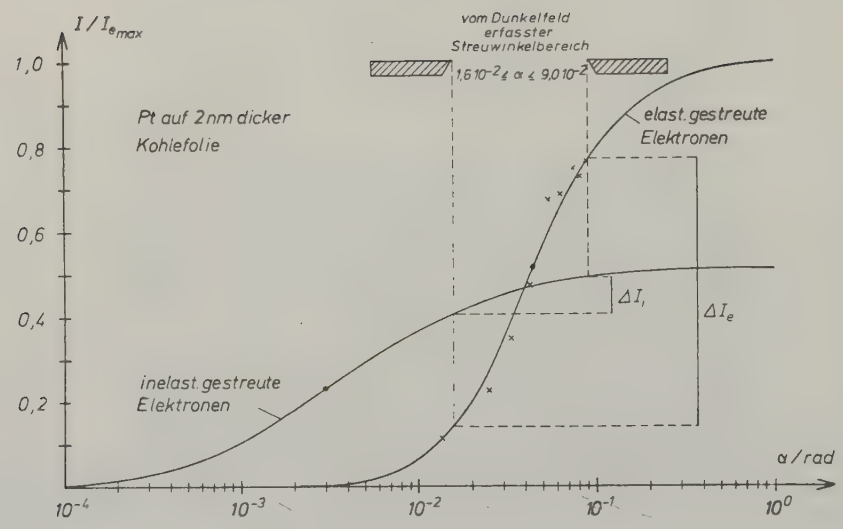


Abb. 16: Normierte integrale Streukurven von an Platin elastisch und inelastisch gestreuten 40 keV-Elektronen

In der integralen Darstellung kennzeichnen die markierten Wendepunkte den häufigsten Streuwinkel.

Für die Messungen wurde eine 2 nm dicke, mit Platin bedampfte Kohlefolie mit einer 1 nm breiten Sonde auf einem Rasterfeld von 400 nm bestrahlt. Mit Hilfe der Irisblende konnte gerade die Intensität ΔI vom Detektor registriert werden, die in den Raumwinkelbereich zwischen dem zentralen Stop und der eingestellten Blendenberandung gestreut wird.

Die eingetragenen Winkel sind bereits die auf das Objekt zurückgerechneten Streuwinkel.

Durch einen Eingriff am Photomultiplier-Meßkopf stand an einem Meßwiderstand ein dem Gesamtstrom proportionales Spannungssignal zur Verfügung. Dieses Signal war jedoch aufgrund der Stromschwankungen der Feldemissionsquelle instabil und mußte deshalb auf einen Schreiber gegeben werden, wo für jede Blendenstellung über 2 min gemittelt werden konnte. Drei Meßreihen wurden ausgewertet und ihre Meßwerte nochmals gemittelt, wobei deren Abweichungen untereinander weniger als 10% betrugen.

Mit dem Detektorsystem konnten nur Relativmessungen gemacht werden. Deshalb mußte der Photomultiplierstrom, der bei ganz geöffneter Blende gemessen wurde, auf den entsprechenden Wert der berechneten Stromdichteverteilung für elastisch gestreute Elektronen normiert werden. Außerdem konnten wegen des Einflusses der ungestreuten Elektronen keine kleineren Streuwinkel als $1{,}4 \cdot 10^{-2}$ rad erfaßt werden. Hatte die Irisblende den Durchmesser des zentralen Stops erreicht, so war deshalb der gemessene Strom Null. Dieser Wert mußte ebenfalls der berechneten Stromdichteverteilung angepaßt werden. Die so entstandenen Meßpunkte sind in Abb. 16 als Kreuzchen eingezeichnet. Analog durchgeführte Messungen an unbedampften Kohlefolien und an Folienlöchern ergaben mit der eben beschriebenen Anpassung deutlich unterscheidbare Kurvenformen gegenüber den an Platinobjekten aufgenommenen Kurven. So kann die Übereinstimmung von Meßwerten und berechneten Kurven für die im nächsten Abschnitt beschriebene Auswertung als gegeben angesehen werden.

4.1.4 Anpassung der Detektorgeometrie

Aus Abb. 16 ist ersichtlich, daß die häufigsten Streuwinkel des elastischen und des inelastischen Kanales um mehr als eine Zehnerpotenz getrennt liegen. Dadurch können die hauptsächlich in kleine Raumwinkel gestreuten inelastischen Elektronen von dem zentralen Stop ausgeblendet werden, ohne daß der elastische Kanal wesentlich beschnitten wird.

Der Durchmesser des zentralen Stops konnte in unserem STEM variiert werden und lieferte mit 3,2 mm die besten Ergebnisse. Dies entspricht einem Streuwinkel von $1{,}6 \cdot 10^{-2}$ rad, wie er in Abb. 16 als untere Begrenzung eingetragen ist. Insgesamt lag der vom Dunkelfeld erfaßte Streuwinkelbereich zwischen $1{,}6 \cdot 10^{-2}$ und $9 \cdot 10^{-2}$ rad. Damit konnten 82% aller inelastisch gestreuten Elektronen unterdrückt werden. Die für das Signal verfügbaren 64% aller elastisch gestreuten Elektronen hatten die siebenfache Intensität der inelastisch gestreuten Elektronen. Die obere Begrenzung der Detektorapertur lag hier in der geringen Öffnung der Irisblende begründet und kann bei ausgebauter Blende erweitert werden, so daß dieses Verhältnis auf 10:1 ansteigt.

Aus den hier nicht abgebildeten Streukurven für Kohlenstoff erkennt man, daß der Hauptanteil der Folienstreuung ebenfalls durch den zentralen Stop abgefangen wird.

Die Berechnungen von Schwertfeger beziehen sich auf parallele Bestrahlung des Objektes. Durch die endliche Apertur der Sonde müßte das Integral in Gleichung (2) noch mit der Winkelverteilung der Objektbestrahlung gefaltet werden. Dadurch verschieben sich die Stromdichten des inelastischen Kanals zu kleineren Winkeln hin, doch dürfte dies die optimale Detektorgeometrie nicht wesentlich verändern.

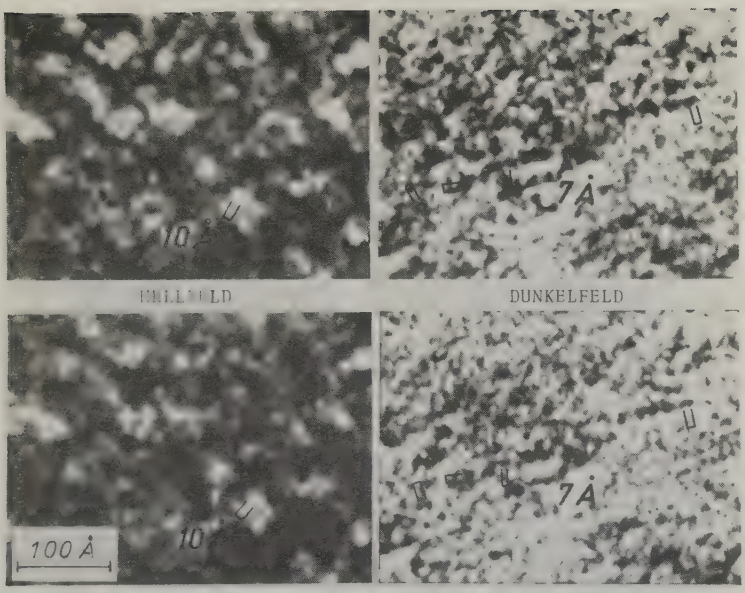


Abb. 17: Einfluß der inelastisch gestreuten Elektronen bei Hellfeldabbildung einer platinbedampften Kohlefolie

Abb. 17 zeigt rechts zwei Dunkelfeldabbildungen der gleichen Stelle einer mit Platin bedampften Kohlefolie, wie sie für die Messungen verwendet wurde. Mit dem oben angegebenen Streuwinkelbereich sind 7 Å-Abstände noch gut aufgelöst. Der Einfluß der inelastisch gestreuten Elektronen zeigt sich deutlich auf den beiden Hellfeldbildern des gleichen Objektes im linken Teil der Abbildung. Im Hellfeld trägt aufgrund der geringen Detektorapertur ein großer Anteil des inelastischen Kanales zum Signal bei. Dadurch wird die Auflösung schlechter als 10 Å.

### 4.1.5 Abbildung von Quecksilberatomen auf einer Kohlefolie

Mit dieser optimierten Detektorgeometrie konnten nun Quecksilberatome in einem Triacetoxymercuryaurine-Molekül (TAMA-Molekül) nach Formanek et al. [19] mit 8,2 bis 8,9 Å Abstand abgebildet werden. Bei entsprechender Lage zur Trägerfolie bilden die Atome dieses synthetischen Moleküls die Endpunkte eines gleichseitigen Dreieckes. Die in Abb. 18 eingekreisten Punkte sind vermutlich solche Quecksilberatome. Im Vergleich dazu zeigt das Bild links oben eine Trägerfolie ohne TAMA-Moleküle. Die untere Reihe zeigt drei Aufnahmen der gleichen Stelle, wobei die in den Kreisen befindlichen Dreieckspunkte jeweils leicht gedreht sind oder, wie im Bild ganz links, nicht mehr als solche Struktur erkennbar sind. Dies ist auf thermische Objektwanderung [20] zurückzuführen, wie sie in der Konstellation in den Quadraten besonders deutlich wird. Zwischen aufeinanderfolgenden Bildern liegen jeweils etwa drei Minuten Rasterzeit.

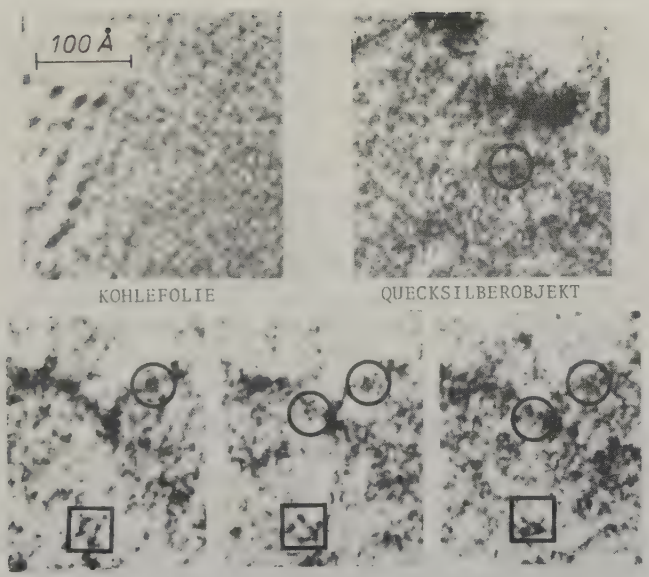


Abb. 18: Abbildung von Quecksilberatomen eines TAMA-Moleküls mit einer reinen Kohlefolie oben links zum Vergleich

## 4.2 Vergleich von remoldeten und sauerstoffprozessierten Feldemissionsspitzen

In Übereinstimmung mit den Messungen von Kurz [13] stellten wir fest, daß sauerstoffprozessierte Feldemissionsspitzen höhere Emissionsströme bei gleichen Strahlströmen benötigen als remoldete Spitzen. In dem hier beschriebenen STEM benötigte eine Oxigenspitze etwa 7 µA Emissionsstrom für hochauflösende Abbildungen gegenüber 1 µA bei einer Remoldingspitze.

Kurz konnte in seinen Energieverteilungsmessungen bei Feldemissionskathoden die zu erwartende geringe Energiebreite von 0,24 eV nur bei Emissionsströmen bis zu 0,3 µA feststellen. Mit dem Emissionsstrom steigt auch die Energiebreite und macht sich im chromatischen Fehlerscheibchen der Sonde bemerkbar. Bei 50 keV-Elektronen äußert sich diese Verbreiterung als deutliche Auflösungsverschlechterung.

### 4.2.1 Der Remoldingprozeß

Da die verwendeten <100>-orientierten Wolframspitzen nach dem elektrolytischen Ätzen in Natronlauge noch in zu große Raumwinkel emittieren, wird dieser Winkelbereich durch einen Remoldingprozeß [21] weiter eingeengt. Dabei wird auf der geheizten Spitze unter dem Einfluß eines elektrischen Feldes die Geometrie der Spitze soweit verändert [22,23], daß die Emission schließlich auf eine Apertur von $6 \cdot 10^{-2}$ rad beschränkt bleibt. Zur Kontrolle kann das Emissionsmuster nach Abschnitt 3.1.4 beobachtet werden.

Unter Einhaltung des Abstandes der Spitze von der Saugelektrode auf 10% genau erzeugten die folgenden Prozessierungsdaten bei verschiedenen Feldemissionsspitzen im allgemeinen reproduzierbare Emissionsdaten:

Bei einer positiven Remoldingspannung von 2,8 kV wurde die Spitze mit 12 bis 15 Pulsfolgen von je 9 Einzelpulsen mit 12 msec Dauer aufgeheizt. Der Heizstrom eines Einzelpulses lag bei 8 A. Nach diesem Prozeß emittierte die Kathode bei 1,4 kV Saugspannung mit 1 µA Emissionsstrom bei Zimmertemperatur und konnte zwischen zwei und sechs Stunden ohne Nachregelung stabil betrieben werden. Die im Faradaykäfig gemessenen Strahlströme lagen bei 2 bis $3 \cdot 10^{-8}$ A. Nach Abb. 13 in Abschnitt 3.1.4 wurde damit ein reelles Quellenbild erzeugt. Die Quellenlage ist durch den Punkt $Q_2$ gekennzeichnet und kann 48 mm vor der Spitze angesetzt werden.

### 4.2.2 Der Oxigenprozeß

Dieselbe Spitze konnte nun ohne Umbau des Emissionssystems von "Remolding" auf "Oxigen" umprozessiert werden. Zweck des Oxigenprozesses ist ähnlich wie beim Remoldingprozeß die Einengung des Emissionswinkels. Dies wird hier erreicht durch den Einfluß einer Sauerstoffadsorptionsschicht auf der geheizten Spitze bei angelegtem elektrischen Feld [24,25]. Wie Abb. 23 in Abschnitt 4.3 zeigt, baut sich eine Pyramide in der <100>-Richtung auf, die eine in diese Richtung bevorzugte Emission ermöglicht.

In unserem STEM sah die Prozessierung folgendermaßen aus:
Nach mehrmaligem Sauerstoffeinlaß wurde bei einem Vakuum von mindestens $5 \cdot 10^{-7}$ pa die Saugspannung angelegt und soweit erhöht, daß 20 µA Emissionsstrom erreicht wurden. Durch Heizen der Kathode auf 1500 bis 1800 K mußte zur Konstanthaltung des Emissionsstroms die Saugspannung stark reduziert werden, bis sich schließlich ein Gleichgewicht einstellte. In

diesem Zustand konnte die Temperatur der Kathode um mehrere 100 K gesenkt werden ohne Einbuße am Emissionsstrom. Die Betriebsdaten lagen bei 7 µA Emissionsstrom, 3,2 kV Saugspannung und 1100 K Spitzentemperatur. Der im Faradaykäfig gemessene Strahlstrom lag bei 2 bis $5 \cdot 10^{-8}$ A. Bei Temperaturen über 1200 K lief die Emission zwar mit besserer Langzeitstabilität, dafür nahm der Rauschanteil für Frequenzen über 50 Hz drastisch zu, so daß hochauflösende Aufnahmen unmöglich wurden.

Der Punkt $Q_1$ in Abb. 13 zeigt die Quellenlage für diese sauerstoffprozessierte Spitze. Sie ist im virtuellen Bereich 23 mm über der Spitze. Die Sondengröße verkleinert sich damit gegenüber der vom Remoldingsystem erzeugten Sonde um 16%, sodaß durch die unterschiedliche Quellenlage keine Auflösungsverschlechterung zu erwarten ist.

### 4.2.3 Energieverbreiterung und Auflösungsvermögen

Kurz hat mit seinem Energieanalysator nach Möllenstedt [26] die Energieverteilung von Remolding- und Oxigenkathoden bei unterschiedlichen Emissionsströmen gemessen. Abb. 19 gibt die Halbwertsbreiten dieser Messungen wieder. Die in unserem STEM gemessenen Strahlströme lagen etwas unter den hier eingezeichneten Werten, da die vom Faradaykäfig erfaßte Apertur etwas geringer war. Deshalb werden die eingetragenen Emissionsströme als Referenz für die Energiehalbwertsbreiten genommen.

Während eine remoldete Kathode bei 1 µA Emissionsstrom eine Halbwertsbreite von weniger als 0,4 eV besitzt, steigt sie für eine Oxigenspitze mit 5 µA auf 1 eV an und mit 10 µA bereits auf 1,57 eV.

Wie sich diese Energieverbreiterung auf das Auflösungsvermögen im STEM mit 50 keV-Elektronen auswirkt, zeigt die Abb. 20. Hier sind die einzelnen auf das Objekt bezogenen Fehlerscheibchen in Abhängigkeit von der Apertur aufgetragen und in den dicker gezeichneten Kurven quadratisch überlagert. Die Fehlerkoeffizienten $C_S$, $C_C$ und $\Delta f_A$ entstammen den Daten der Kondensorobjektiv-Einfeldlinse in Abschnitt 3.2.2. Die Energiehalbwertsbreiten sind auf die Beschleunigungsspannung U = 50 kV bezogen. Für das Fehlerscheibchen $r_{C_1}$ der Remoldingkathode überdeckte die Instabilität der Hochspannungskaskade von $10^{-5}$ die Energieverbreiterung der Kathode, so daß hier der schlechtere Wert verwendet wurde. Die Fehlerscheibchen $r_{C_2}$ und $r_{C_3}$ beziehen sich auf die Energiebreite einer Oxigenkathode mit 5 bzw. 10 µA Emissionsstrom.

Während bei Raumtemperatur betriebene Feldemissionskathoden eine stark asymmetrische Energieverteilung mit flachem Anstieg und steilem Abfall auf der hochenergetischen Seite zeigen, erhält man bei geheizten Oxigenkathoden eine symmetrische Verteilung mit flachem Anstieg und flachem Abfall [13]. Möglicherweise kann daher die Energiehalbwertsbreite nur in erster Näherung zur Darstellung des resultierenden Fehlerscheibchens verwendet werden. Als Anregung für eine weitergehende Untersuchung sei an dieser Stelle auf den Einfluß der Verteilungsform auf das Auflösungsvermögen hingewiesen.

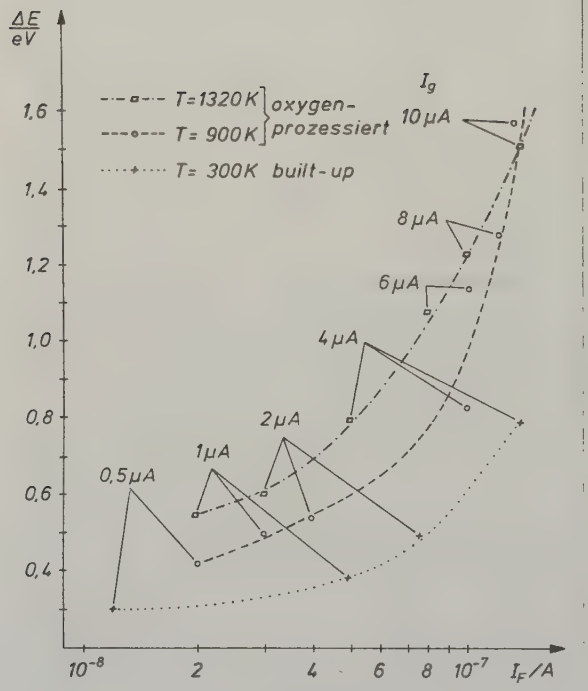


Abb. 19: Vergleich der Halbwertsbreiten ΔE von remoldeten und sauerstoff-prozessierten Kathoden bei unterschiedlichen Emissionsströmen

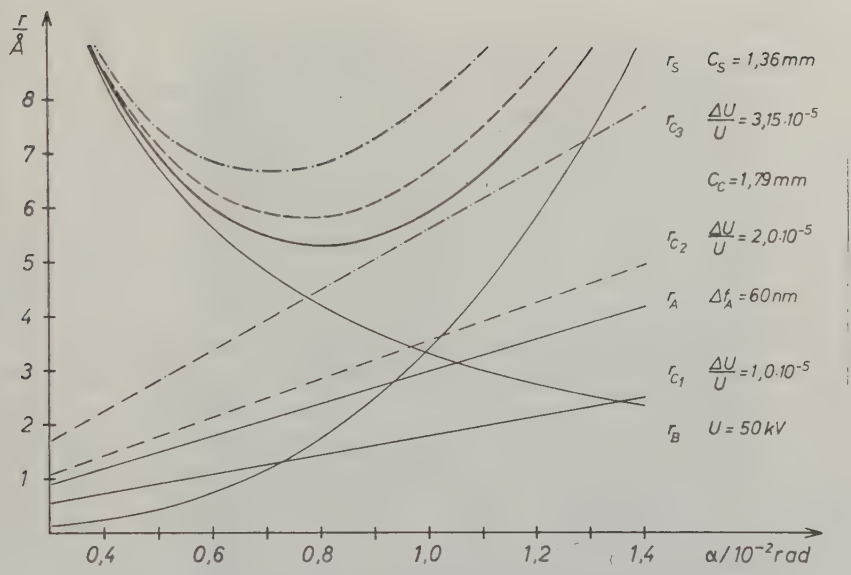


Abb. 20: Radien der Fehlerscheibchen und ihre quadratische Überlagerung für drei unterschiedliche Halbwertsbreiten

4.2.4 Ergebnisse der Auflösungstests

a) für die remoldete Kathode

Die durchgezogene Kurve der quadratischen Überlagerung entsprechender Fehlerscheibchen zeigt bei einer optimalen Apertur von $8{,}3 \cdot 10^{-3}$ rad eine Auflösungsgrenze von 5,3 Å für das STEM mit Remoldingkathode an. Ohne Berücksichtigung von Astigmatismus und Farbfehler erhält man nach der Gleichung

$$r = 0{,}43 \sqrt[4]{C_S \cdot \lambda^3}$$

ein Auflösungsvermögen von 3,0 Å. Nach Abb. 20 ist dies zumindest für 50 keV-Elektronen eine unrealistische Angabe.

Abb. 21 zeigt nun zwei Bildpaare des zugehörigen Auflösungstests. Als Objekt diente eine dünn mit Platin bedampfte Kohlefolie von 2 nm Dicke. Links sind Aufnahmen zweier verschiedener Objekte abgebildet, rechts die jeweils anschließend gemachten Vergleichsaufnahmen. Die schwarzen Klammern weisen mit ihren offenen Enden auf zwei Objektpunkte, deren Abstand in Å eingetragen ist. Die in Abschnitt 4.1.5 gezeigte Objektwanderung verhindert eine exakte Festlegung der Auflösungsgrenze, so daß wir die Leistungsfähigkeit unseres STEM mit einer Punktauflösung zwischen 5 und 6 Å angeben. Dieses Ergebnis stimmt mit den Erwartungen des vorhergehenden Abschnittes überein.

b) für die sauerstoffprozessierte Kathode

Die gestrichelt gezeichnete Überlagerung in Abb. 20 ergibt eine Auflösungsgrenze von 6 Å für eine sauerstoffprozessierte Kathode bei 5 µA Emissionsstrom. Aus der strichpunktierten Kurve liest man bei der eingestellten Apertur von $8{,}3 \cdot 10^{-3}$ rad eine Auflösung von 7 Å ab mit derselben Kathode bei 10 µA Emissionsstrom.

Für diese beiden Emissionsströme sind die Auflösungstests in Abb. 22 dargestellt. Zur Erhaltung der Quellenlage wurde für den Emissionsstrom von 10 µA die Spitze etwas anders prozessiert, so daß dieser Strom bei der gleichen Saugspannung wie vorher bei 5 µA entstand. Dadurch konnten Linsen- und Stigmatoreinstellungen erhalten bleiben und die gleiche Objektstelle unter gleichen Bedingungen aufgenommen werden. In dem oberen Bild zeigen die

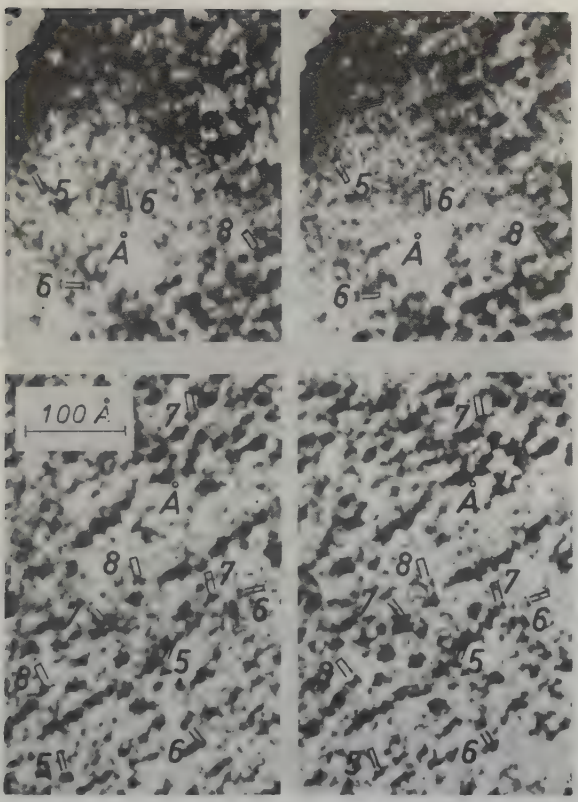


Abb. 21: Auflösungstest an dünn mit Platin bedampften Kohlefolien mit je einer Vergleichsaufnahme

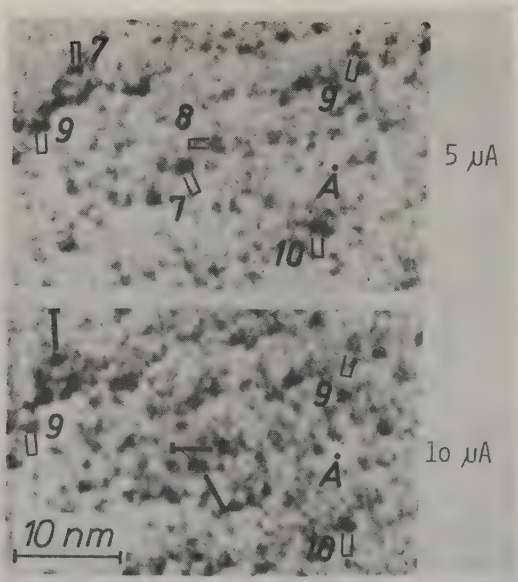


Abb. 22: Auflösungstest an der gleichen Objektstelle mit einer sauerstoffprozessierten Spitze bei unterschiedlichen Strahlströmen

Klammern aufgelöste Punktabstände von 7 bis 10 Å. Dabei gelten nur die Punktabstände als aufgelöst, die auf einer hier nicht gezeigten Vergleichsaufnahme ebenfalls getrennte Punkte markieren. Im unteren Bild sind 7 und 8 Å-Abstände nicht mehr aufgelöst und durch Balken gekennzeichnet. Das Auflösungsvermögen hat sich hier auf 9 Å verschlechtert. Dieses Ergebnis konnte auch mit gleicher Spitzenprozessierung aber verschiedenen Saugspannungen er-

zielt werden. Daß die Auflösung etwas schlechter als erwartet geworden ist, könnte an dem höheren Rauschanteil dieser bei 1100 K betriebenen Kathode liegen.

## 4.3 Einige Anwendungsbeispiele

Im Anschluß an die Hochauflösungsabbildungen werden hier noch vier Beispiele mit Routineaufnahmen gebracht, die die Bildqualität und vor allem die Stabilität der Feldemissionskathode demonstrieren sollen. Letztere ist nach unseren Erfahrungen auf die Wirkung der in Abschnitt 3.1.2 beschriebenen Titangetterpumpe direkt an der Feldemissionsspitze und der hochreinen Titananode zurückzuführen. Dadurch war eine vorgesehene elektronische Quotientenbildung von Sondenstrom und Signalstrom unnötig geworden.

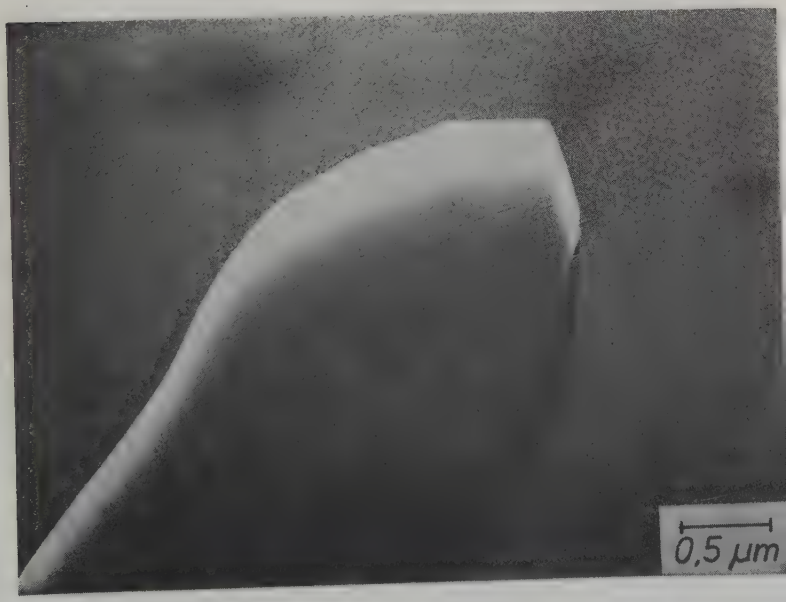


Abb. 23: STEM-Aufnahme einer sauerstoffprozessierten Feldemissionsspitze

In der Abb. 23 ist eine sauerstoffprozessierte Feldemissionsspitze abgebildet, die den in Abschnitt 4.2.2 erwähnten Aufbau einer Pyramide in <100>-Richtung zeigt.

Die Abb. 24 und 25 stellen Dünnschnitte biologischer Objekte bei unterschiedlichen Vergrößerungen dar, Abb. 26 eine Oberflächenspreitung. Die drei Aufnahmenpaare sind im Hellfeld aufgenommen und zeigen Details von Spermien der Drosophila hydei.

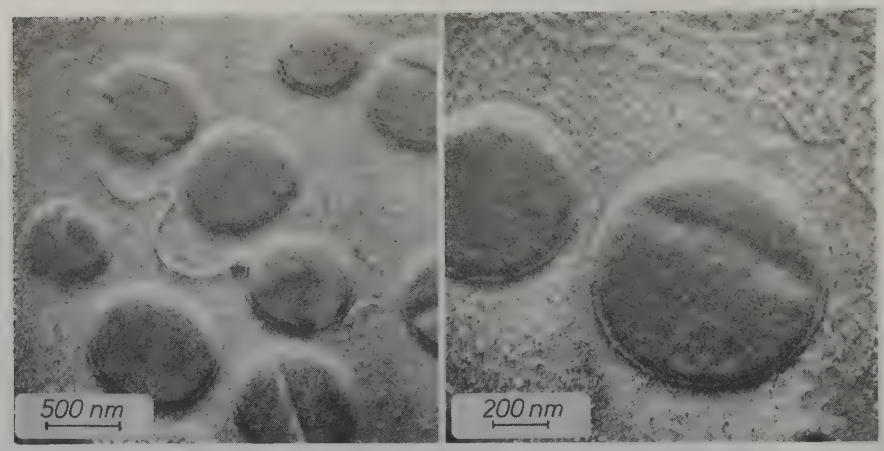


Abb. 24: Hellfeldabbildung eines Schnittes von Spermatoidenköpfen mit Zellkernen, von denen einige eine Furchung zeigen.

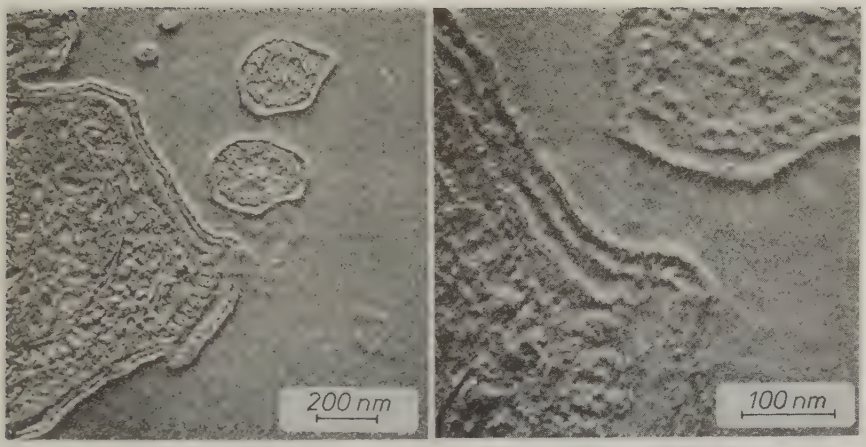


Abb. 25: Hellfeldabbildung eines biologischen Dünnschnittes von Geißelfäden mit Mikrotubuli und einer Zelle

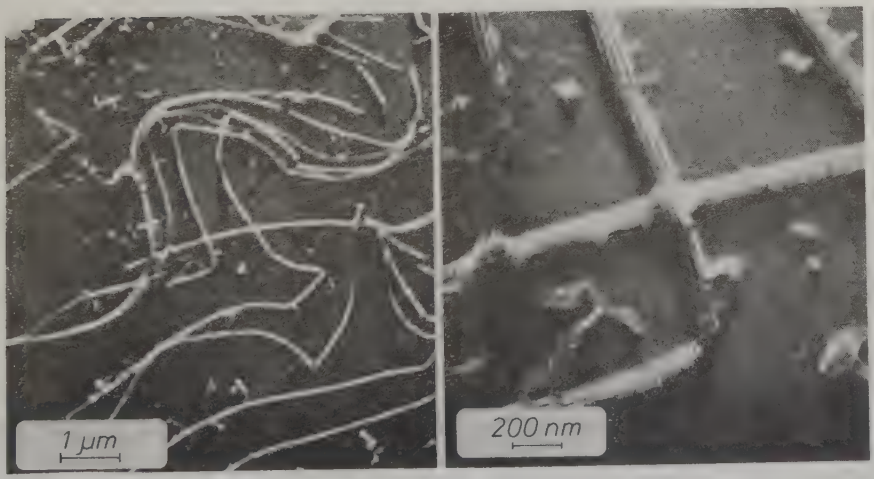


Abb. 26: Hellfeldabbildung einer Oberflächenspreitung von Geißelfäden mit sichtbaren Fibrillen

## 5. WEITERE UNTERSUCHUNGSMÖGLICHKEITEN

Im folgenden seien noch einige Anregungen für Untersuchungen gegeben, die ohne Umbau oder mit geringen Änderungen vorgenommen werden können.

Zur Herabsetzung der Auflösungsgrenze wäre eine Hochspannungsquelle mit 100 kV Beschleunigungsspannung wünschenswert. Da der Strahlkopf für höhere Spannungen ausgelegt ist, sind dazu keine Änderungen am Gerät nötig.

Durch Einsetzen der Zwischenelektrode (4) in Abb. 12 können die Eigenschaften eines Tetrodensystems nach Veneklasen [27] bezüglich der Abbildungseigenschaften untersucht werden.

Um der Kondensorobjektiv-Einfeldlinse bei veränderlicher Saugspannung eine konstante Abbildung der Quelle anzubieten, wurde eine langbrennweitige Vorverkleinerungslinse gebaut. Diese Linse mit 40 mm Polschuhdurchmesser und einem Spalt-Bohrungsverhältnis von S/D = 1 arbeitet bei einer Linsenstärke $\varepsilon = 6.95\ A/\sqrt{V}$. Zur Justierung und Korrektur des Strahlerzeugers sind Ablenkelemente und ein Stigmator in das Bauteil integriert. Die Erprobung der Linse steht noch aus.

In der Kondensorobjektiv-Einfeldlinse ist eine Objektkühlung vorgesehen, die die in Abschnitt 4.1.5 beschriebene Objektwanderung verringern oder unterdrücken soll. Hiermit lassen sich weitere Untersuchungen anschließen [28].

Für Beugungsuntersuchungen nach der Grigson-Technik befindet sich in der Kondensorobjektiv-Einfeldlinse nach dem Polschuh noch ein Ablenkelement, mit dem bei feststehender Elektronensonde die aus dem Objekt austretende Intensitätsverteilung über den Detektor gerastert werden kann. Zur Fokussierung

des Beugungsbildes auf die Detektorebene könnte noch eine Nachlinse eingesetzt werden.

Ersetzt man das vorhandene Detektorsystem durch eine Channelplatte, so kann das gesamte Beugungsbild auf einem Leuchtschirm sichtbar gemacht werden. Die Voruntersuchungen dazu konnten von Keller [29] in einer Testapparatur zufriedenstellend abgeschlossen werden.

Durch den Einsatz eines elektrostatischen Energiefilters kann das STEM auch zur hochauflösenden Mikroanalyse entsprechend den Untersuchungen von Isaacson [30] verwendet werden.

Außerdem ermöglicht ein energiedispersives Element die experimentelle Überprüfung der in Abschnitt 4.1.1 angeführten Streuwinkelverteilung auch im inelastischen Kanal. Die in Abschnitt 4.1.3 beschriebene Relativmessung der Streuintensitäten könnte dann unter zusätzlicher Vergrößerung der Detektorapertur durch eine Absolutmessung ersetzt werden.

Zur besseren Auswertung des Videobildes schließlich ist eine hochauflösende Bildeinheit mit 1000 Zeilen und größerer Bildfläche im Bau. Dadurch sind höhere lichtoptische Nachvergrößerungen der Rohbilder möglich.

## 6. ZUSAMMENFASSUNG

Zur quantitativen Erfassung einzelner auflösungsbegrenzender Faktoren im STEM wurde ein Durchstrahlungsraster-Elektronenmikroskop mit Feldemissionskathode konstruiert und gebaut. Dabei wurde auf Flexibilität und möglichst vielseitige Eingriffsmöglichkeiten Wert gelegt.

Bei Voruntersuchungen an einem STEM mit thermischer Kathode und an einem elektronenoptischen Mikroschreiber wurde zunächst die Entstehung der Kontamination und deren auflösungsbegrenzender Einfluß untersucht. Beim Vergleich verschiedener Möglichkeiten zur Reduzierung stellte sich die Zündung einer Glimmentladung bei $10^{-1}$ pa Stickstoffatmosphäre im Objektraum als effektivste Methode heraus. Der Vorteil dieser Methode ist aus der Erkenntnis heraus zu verstehen, daß die Nachlieferung kontaminationsfähigen Materials bei kleinen Sondendurchmessern im wesentlichen über die Oberfläche und nicht über das Volumen geschieht. Durch den Ionenbeschuß der Objektraumwände werden an den Oberflächen adsorbierte Restgasmoleküle festgeschossen. Da durch eine entsprechende Geometrie des Glimmraumes die Entladung um das Objekt behindert ist, können kontaminationsfähige Moleküle vom Objekt weg in die künstlich erzeugte Senke der Objektumgebung abdiffundieren. So entsteht eine Verarmungszone adsorbierter Moleküle auf dem Objekt und die Kontamination kann sich dort nur in geringem Maße ausbilden. Um die Wirkung dieses kontaminationsreduzierenden Effektes zu verlängern, sollen sich möglichst keine Kontaminationsquellen in Objektnähe befinden. Bei Austausch der Gummidichtungen im Objektbereich durch Silber-Indium-Dichtungen haben wir durch diese Methode eine Kontaminationsreduzierung um den Faktor 30 gemessen und konnten bei 20 Å Auf-

lösung ein Hochauflösungsobjekt über 5 min hinweg ohne Auflösungsverlust bestrahlen.

Der Einfluß inelastisch gestreuter Elektronen bei der Hochauflösung an einzelnen Schwermetallatomen auf dünnen Folien trägt neben dem Sondendurchmesser wesentlich zum Auflösungsvermögen eines STEM mit Feldemissionskathode bei. Da die häufigsten Streuwinkel elastisch und inelastisch gestreuter Elektronen vor allem bei Schwermetallatomen deutlich getrennt liegen, beide Kanäle sich jedoch überlappen, ist eine gute Kenntnis des Verlaufs der Streuverteilungen nötig, um die optimale Geometrie zur Ausblendung dieser inelastisch gestreuten Elektronen zu finden. Hier lag uns in festkörperkorrigierten Berechnungen von normierten Stromdichteverteilungen für elastisch und inelastisch gestreute Elektronen eine gute Grundlage vor. Durch Messungen konnten wir diese Stromdichteverteilungen in den dem Detektor zugänglichen Winkelbereich nachprüfen. Dabei wurde das Nachfeld der Kondensorobjektiv-Einfeldlinse durch Eichmessungen an Goldkristalliten berücksichtigt, so daß ein einfacher Zusammenhang zwischen Streuwinkel am Objekt und registrierter Detektorapertur ermittelt werden konnte. Als Resultat dieser Optimierung der Detektorgeometrie war es möglich, die nur durch die Sondengröße definierte Punktauflösung von 5,3 Å zu erreichen. Außerdem konnten Quecksilberatome eines Triacetoxy-Mercuryaurine-Moleküls mit gutem Kontrast abgebildet werden. Der Einfluß der inelastisch gestreuten Elektronen im Hellfeld verschlechterte dagegen die Auflösung um den Faktor zwei. Aufgrund der geringen Kontamination konnten auf mehreren aufeinanderfolgenden Aufnahmen der gleichen Objektstelle auch Wanderungen einzelner Atome oder Atomgruppen gezeigt werden.

Zur Untersuchung der Einflüsse verschiedener Spitzenprozessierungen auf das Auflösungsvermögen war das Feldemissionssystem so ausgelegt worden, daß sowohl Oxigen- als auch Remoldingprozeß an der gleichen Spitze ohne Belüften des Systems gefahren werden konnten. Durch einen geeignet gewählten Abstand der Spitze von der Saugelektrode wurde die Darstellung des Emissionsmusters im Triodensystem ermöglicht. Dadurch konnte beim Remoldingprozeß eine optimale Emission eingestellt und die Beschleunigungselektrode exakt zentriert werden. Als Ergebnis dieser Untersuchungen stellten wir fest, daß die berechnete Auflösungsgrenze von 5,3 Å nur von der remoldeten Feldemissionsspitze bei 1 µA Emissionsstrom erreicht wurde. Die sauerstoffprozessierte Spitze benötigte höhere Emissionsströme und erbrachte je nach eingestelltem Strom eine Auflösung von 7 bis 9 Å. Dieses Ergebnis ist durch die Energieverbreiterung im Strahlerzeuger bei ansteigenden Emissionsströmen zu erklären. Nach entsprechenden Messungen der Energieverteilung von Feldemissionskathoden wurde die chromatische Sondenverbreiterung berechnet und mit den Ergebnissen des Auflösungstests verglichen. Dabei übertraf die gemessene Auflösungsverschlechterung die berechnete etwas, da vermutlich die Rauscheigenschaften der geheizten Oxigenkathode ungünstiger sind als die der bei Raumtemperatur betriebenen Remoldingkathode.

Für die hilfreiche Betreuung und die Vielzahl wertvoller Anregungen bezüglich dieser Arbeit bedanke ich mich sehr herzlich bei Herrn Prof.Dr. R. Speidel. Herrn Prof.Dr. G. Möllenstedt danke ich für sein förderliches Interesse. Für die kritische Durchsicht des Manuskripts möchte ich Herrn Prof.Dr. F. Lenz danken.

Herrn Dr. D. Kurz sei herzlich für seine tatkräftige Unterstützung bei den Problemen des Feldemissionsstrahlerzeugers gedankt. Weiterhin möchte ich den technischen Mitarbeitern des Instituts für angewandte Physik für die mühevolle Arbeit bei der Fertigung des Rastermikroskopes danken.

Herrn Prof.Dr. G.F. Meyer vom Max-Planck-Institut für Biologie in Tübingen spreche ich meinen Dank aus für die freundliche Bereitstellung der biologischen Präparate sowie die hilfreiche Beratung und Herrn Dr. H. Formanek vom Botanischen Institut der Universität München für die zur Verfügung gestellten synthetischen Quecksilberverbindungen.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danke ich für die Ermöglichung dieses Forschungsvorhabens durch personelle und apparative Unterstützung.

## 7. LITERATUR


[1] A.V. Crewe, D.N. Egenberger, J. Wall und L.M. Welter, Rev.Sci.Instr. 39 (1968) 576

[2] A.V. Crewe, J. Wall und L.M. Welter, J.ApplPhys. 39 (1968) 5861

[3] A.V. Crewe, Quart.Rev.Biophys. 3 (1970) 1137

[4] J.M. Cowley, Appl.Phys.Letters 15 (1969) 58

[5] R. Speidel, Optik 23 (1965) 125

[6] E.K. Brandis, F.W. Anderson und R. Hoover, Scanning El.Micr.IITRI, Chicago (1971) 505

[7] G.I. Zhdanow und V.N. Vertsner, Sov.Phys.Doklady 12 (1963) 942

[8] K.H. Müller, Optik 33 (1971) 296

[9] R.Buhl, Optik 19 (1962) 122

[10] E. Ruska, Deutsche Patentschrift Nr. 875 555 vom 29.5.1942

[11] W.D. Riecke, V$^{th}$ Int.Congress for Electr.Micr. Philadelphia 1 (1962) KK-5

[12] L. Kohler, Diplomarbeit Tübingen, 1977

[13] D. Kurz, Dissertation Tübingen, 1979

[14] E. Munro, Proc. V$^{th}$ Europ.Congr. on E.M. Manchester (1972) 22

[15] D. Kern, Dissertation Tübingen, 1978

[16] G. Liebmann und E.M. Grad, Proc.Phys.Soc. 64 (1951) 956

[17] M. Isaacson, J.P. Langmore und H. Rose, Optik 41/1 (1974) 92

[18] W. Schwertfeger, Disseration Tübingen, 1974

[19] H. Formanek, M. Müller, M.H. Hahn und Th. Koller, Naturwissenschaften 58/7 (1971) 339

[20] M. Isaacson, J.P. Langmore, N.W. Parker, D. Kopf und M. Utlaut, Ultramicroscopy 1 (1976) 359

[21] I.L. Sokolowskaia, Sov.Phys.-Techn.Phys. 26 (1956) 1147

[22] P.C. Bettler und F.M. Charbonier, Phys.Rev. 119 (1960) 65

[23] L.W. Swanson und L.C. Crouser, J.Appl.Phys. 40 (1969) 4741

[24] L.H. Veneklasen und B.M. Siegel, J.Appl.Phys. 43 (1972) 1600

[25] A.E. Bell, L.W. Swanson und L.C. Crouser, Surf.Sci. 10 (1968) 254

[26] G. Möllenstedt, Optik 5 (1949) 499

[27] L.H. Veneklasen, Optik 36 (1972) 410

[28] J.S. Wall, J.F. Hainfeld und J.W. Bittner, Ultramicroscopy 3 (1978) 81

[29] G. Keller, Diplomarbeit Tübingen, 1979

[30] M. Isaacson, VI$^{th}$ Europ.Congr. on E.M. Jerusalem (1976) 26

LEBENSLAUF

Kurzdaten zur Person:

Am 18.6.1942 in München als Sohn von Ludwig Bauer und Caroline Bauer, geborene Negle, geboren. Verheiratet seit 9.10.1978 mit Annette Sonntag.

Ausbildungsgang:

| | |
|---|---|
| 1948 - 52 | Besuch der Volksschule in München. |
| 1952 - 62 | Besuch der Oberrealschule mit Abiturabschluß am 18.7.1962. |
| 1962 - 66 | Studium an der TH-München für das Lehramt an Realschulen mit der ersten Lehramtsprüfung am 20.10.1967 als Abschluß. |
| 1966 - 72 | Studium der Physik an der Universität Tübingen. Diplomarbeit von 1970 bis 73 am Institut für angewandte Physik mit dem Thema "Neuere Anwendungen am elektronenoptischen Mikroschreiber". Diplomprüfung am 18.5.1973. |
| 1973 - 79 | Beschäftigung am Institut für angewandte Physik bei Prof.Dr. R. Speidel mit der vorliegenden Arbeit im Themenbereich "Auflösungsbegrenzende Faktoren in einem Raster-Transmissions-Elektronenmikroskop". Von 1974 bis 79 Anstellung als wissenschaftlicher Angestellter mit den Aufgabenbereichen: Aufbau eines Halbleitertechnologie-Praktikums für Studenten und dessen Durchführung, sowie eines weiteren Fortgeschrittenen-Praktikums. |

Meine akademischen Lehrer waren die Herren Professoren und Dozenten:

An der TH-München

Albrecht, Aumann, Baier, Gaede, Heinhold, Lammel, Lenz, Maecker, Mang.

An der Universität Tübingen

Auwärter, Baumann, Braunbeck, Kramer, Krüger, Lenz, Mack, Möllenstedt, Pfister, Rüdorf, Schmid, Seiler, Speidel, Stumpf, Wildermuth, Wittern, Zeller.

Druck: D. Gräbner, 8602 Altendorf - Tel. 09545/8791